



SKRIPSI – TK141581

**PEMBUATAN DIETIL ETHER DENGAN KATALIS
BERBASIS γ -Al₂O₃ DIPROMOTE DENGAN LOGAM Cr
DAN Co DALAM REAKTOR FIXED BED**

Oleh:

**Mukhamad Afif Deny Reza
2315 105 029**

**Teresia Dyah Novenia
2315 105 005**

Dosen Pembimbing

**Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA
NIP. 1950 04 28 1979 03 1002**

**Ir. Ignatius Gunardi, MT
NIP. 1955 09 21 1984 03 1001**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT – TK141581

**PRODUCTION OF DIETHYL ETHER WITH CATALYST γ -
 Al_2O_3 PROMOTED BY METALS OF Cr AND Co IN THE
FIX BED REACTOR**

**Mukhamad Afif Deny Reza
2315 105 029**

**Teresia Dyah Novenia
2315 105 005**

**Advisor
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA
NIP. 1950 04 28 1979 03 1002
Ir. Ignatius Gunardi, MT
NIP. 1955 09 21 1984 03 1001**

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

PEMBUATAN DIETIL ETHER DENGAN KATALIS BERBASIS $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ DIPROMOTE DENGAN LOGAM Cr DAN Co DALAM REAKTOR FIXED BED

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik
Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Mukhamad Afif Deny R

2315 105 029

Teresia Dyah Novenia

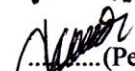
2315 105 005

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:


1. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA

.....(Pembimbing I)

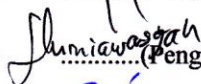
2. Ir. Ignatius Gunardi, M.T

.....(Pembimbing II)


3. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

.....(Penguji I)

4. Firman Kurniawansyah, ST., M.Eng., Sc

.....(Penguji II)

5. Donny Satria Bhuana, ST., M.Eng

.....(Penguji III)



PEMBUATAN DIETIL ETER DENGAN KATALIS BERBASIS γ -Al₂O₃ DIPROMOTE DENGAN LOGAM Cr DAN Co DALAM REAKTOR FIXED BED

ABSTRAK

Menipisnya sumber daya energi dikarenakan meningkatnya penggunaan bahan bakar dari tahun ke tahun, sehingga diperlukan upaya untuk mencari energi alternatif yang ramah lingkungan. Dietil eter merupakan salah satu bahan bakar alternatif yang bisa menggantikan bahan bakar fosil. Dietil eter dibuat melalui proses dehidrasi senyawa etanol dan menggunakan katalis alumina. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari cara pembuatan katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ dengan menggunakan metode *incipient wetness impregnation*. Mempelajari pengaruh perbandingan logam Cr-Co yang di impregnasikan pada γ -Al₂O₃ terhadap aktifitas katalis, dan mencari temperatur yang paling baik untuk proses produksi DiEtil Eter dari etanol 96%. Tahap pertama penelitian ini adalah proses preparasi nanokatalis γ -Al₂O₃ dengan metode presipitasi. γ -Al₂O₃ yang dihasilkan dilakukan karakterisasi XRD dan BET. Tahap kedua adalah melakukan impregnasi katalis γ -Al₂O₃ dengan logam Cr dan Co pada loading 10% dengan perbandingan logam Cr-Co (1:1 ; 1:2 dan 2:1). Kemudian katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ dilakukan karakterisasi XRD, BET dan SEM-EDX. Tahap ketiga adalah uji aktifitas katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ pada proses produksi Dietil Eter melalui dehidrasi etanol. Proses dehidrasi dilakukan pada reaktor *fixedbed* dengan temperatur operasi 125-225°C, produk reaksi kemudian akan dilakukan analisa GC. Dari penelitian didapatkan hasil karakterisasi XRD dengan ukuran 17,9001 nm dan karakterisasi BET dengan luas permukaan 162,840 m²/g dan volume pori sebesar 0,3178 cc/g. Hasil analisa GC ditunjukkan bahwa konversi tertinggi pada impregnasi logam 2:1 pada suhu 225°C sebesar 23,48% dan yield DEE tertinggi adalah 1,32% pada impregnasi logam 2:1 pada suhu 125 °C.

Kata Kunci : Dietil eter, Etanol , Nanokatalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃

PRODUCTION OF DIETHYL ETHER WITH CATALYST γ -Al₂O₃ PROMOTED BY METALS OF Cr AND Co IN THE FIX BED REACTOR

ABSTRACT

The depletion of energy resource is due to the increasing use of fuels from year to year, so it takes effort to find alternative energy that is environmentally friendly. Diethyl Ether is one of the alternative fuels that can replace fossil fuels. Diethyl Ether is prepared by dehydration ethanol and using alumina catalyst. Alumina, especially γ -Al₂O₃ is widely used as a catalyst and support catalyst. The objective of this research is to study how to manufacture Cr-Co/ γ -Al₂O₃ catalyst by using incipient wetness impregnation method, to study the effects of Cr – Co metals which are impregnated on γ -Al₂O₃ to activity catalyst, and to find the best temperature for producing Diethyl Ether from ethanol 96%. The first stage of this research was the preparation process for γ -Al₂O₃ nanocatalyst with precipitation method. γ -Al₂O₃ product, to be characterized by XRD and BET. The second stage was to impregnate the γ -Al₂O₃ catalyst with Cr and Co metals at 10% loading by the ratio metals of Cr-Co (1:1 ; 1:2 and 2:1). Then Cr-Co/ γ -Al₂O₃ was characterized by XRD, BET, and SEM-EDX. The third stage was the activity test of Cr-Co/ γ -Al₂O₃ catalyst for the production process Diethyl Ether from dehydration ethanol. The dehydration process was done in the fixed bed reactor with temperature condition 125-225°C the reaction product and will be analyzed by GC. The research showed that the result for XRD characterization with size is 17,9001 nm and BET characterization with surface area is 162,840 m²/g and pore volume is 0,3178 cc/g. The result from GC showed that the highest conversion in the metal impregnation 2:1 at temperature 225 °C is 23,48% and the highest of yield DEE is 1,32% at metal impregnation 2:1 at temperatur 125 °C.

Key words : Dietil eter, Etanol , Nanokatalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas berkat, rahmat dan hidayat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul “Pembuatan Dietil Eter dengan Katalis Berbasis γ -Al₂O₃ Dipromote dengan Logam Cr dan Co dalam Reaktor Fixed Bed”.

Keberhasilan penulisan skripsi ini tidak lepas dari dukungan berbagai pihak. Untuk itu dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA selaku Dosen Pembimbing dan Kepala Laboratorium Teknik Reaksi Kimia, atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
2. Ir. Ignatius Gunardi, MT selaku Dosen Pembimbing di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
3. Bapak Juwari, S.T., M.Eng, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
4. Dr. Lailatul Qadariyah, ST. MT. selaku Koordinator Tugas Akhir Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
5. Bapak dan Ibu dosen pengajar serta seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia.
6. Orang Tua dan keluarga kami yang telah banyak memberikan dukungan baik moral maupun spiritual.
7. Rekan-rekan mahasiswa di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia, mahasiswa Teknik Kimia Lintas Jalur Gasal 2015, dan semua pihak yang telah memberikan dukungan moril dan partisipasinya sehingga terselenggaranya laporan ini.

Kami menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan laporan ini, yang membutuhkan saran yang konstruktif demi penyempurnaannya.

Surabaya, Februari 2017

Penyusun

DAFTAR ISI

Halaman Judul	
Lembar Pengesahan	
Abstrak	i
Kata Pengantar	iii
Daftar Isi	iv
Daftar Tabel.....	vi
Daftar Gambar	vii
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang.....	1
I.2 Rumusan Masalah.....	4
I.3 Ruang Lingkup Penelitian	4
I.4 Tujuan Percobaan	4
I.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Katalis.....	7
II.2 Komponen Katalis.....	7
II.2.1 Penyangga (<i>Support Material</i>).....	7
II.2.2 Komponen aktif.....	8
II.2.3 Promotor.....	8
II.3 Penggolongan Katalis.....	8
II.3.1 Katalis Homogen.....	8
II.3.2 Katalis Heterogen.....	9
II.4 Pembuatan Katalis.....	9
II.4.1 Metode Presipitasi.....	10
II.4.2 Metode Impregnasi.....	11
II.5 Alumina	13
II.6 Gamma Alumina	15
II.6.1 Aplikasi Gamma Alumina (γ - Al_2O_3).....	15
II.7 Etanol.....	17
II.8 Dehidrasi Alkohol	18
II.9 Senyawa DiEtil Eter	18
II.10 Produksi DiEtil Eter	20
II.11 Penelitian Terdahulu.....	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	

III.1 Bahan dan Alat.....	23
III.2.1 Bahan yang Digunakan	23
III.2.2 Alat.....	19
III.2 Variabel yang Digunakan.....	26
III.2.1 Variabel Tetap.....	26
III.2.2 variabel Berubah	27
III.3 Parameter yang dianalisa.....	27
III.4 Diagram Alir Penelitian	28
III.4.1 Pembuatan Katalis	28
III.4.2 Produksi Dietil Eter.....	30
III.5 Prosedur Penelitian	30
III.5.1 Pembuatan Katalis	31
III.5.2 Karakterisasi Katalis	32
III.6 Produksi Dietil Eter.....	32
III.7 Parameter Aktifitas Katalis	33
III.8 Lokasi Penelitian.....	33
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
IV.1 Preparasi nanokatalis -Al ₂ O ₃	35
IV.1.1 Hasil Analisa X-Ray Difraction (XRD).....	36
IV.1.2 Hasil Analisa Brunauer-Emmet-Teller (BET)	39
IV.2 Preparasi nanokatalis Cr-Co/ -Al ₂ O ₃	39
IV.2.1 Hasil Analisa Fase Kristal Katalis	
X-Ray Difraction (XRD)	40
IV.2.2 Hasil Analisa BET	41
IV.2.3 Hasil Analisa SEM-EDX.....	42
IV.3 Proses Produksi Dietil Eter (DEE).....	46
IV.3.1 Pengaruh Temperatur Reaksi Terhadap	
% Konversi Etanol.....	49
IV.3.2 Pengaruh Temperatur Reaksi dengan Yield DEE	51
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
V.1 Kesimpulan	53
V.2 Saran	53
DAFTAR PUSTAKA.....	ix
APPENDIKS	A-1
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Aplikasi <i>Gamma Alumina</i> (γ - Al_2O_3)	16
Tabel 2.2 Sifat-sifat Fisik Etanol (<i>Ullmann, 1987</i>)	17
Tabel 2.3 Perbandingan titik didih Di Etil Eter, butanol, dan hidrokarbon (<i>Ullmann, 1987</i>)	19
Tabel 2.4 Sifat-sifat Fisik Di Etil Eter (<i>Ullmann, 1987</i>)	20
Tabel 2.5 Penelitian Terdahulu	21
Tabel 4.1 Diameter kristal nanokatalis γ - Al_2O_3 pada masing-masing penelitian	38
Tabel 4.2 Hasil Analisa BET.....	39
Tabel 4.3 Katalis Cr-Co/ γ - Al_2O_3 hasil analisa BET	41
Tabel 4.4 Sifat-sifat katalis Cr-Co/ γ - Al_2O_3 hasil analisa EDX .	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal mineral korondum alumina (Hudson, et. al., 2002).....	13
Gambar 3.1 Rangkaian alat presipitasi.....	23
Gambar 3.2 Rangkaian alat kalsinasi	24
Gambar 3.3 Rangkaian uji katalitik.....	26
Gambar 3.4 Skema Prosedur Penelitian	28
Gambar 3.5 Diagram Alir Preparasi $\text{-Al}_2\text{O}_3$	28
Gambar 3.6 Diagram alir prosedur preparasi katalis Cr-Co/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$	29
Gambar 3.7 Diagram Alir Uji Katalitik.....	30
Gambar 4.1 Standar $\text{-Al}_2\text{O}_3$ berdasarkan <i>US Patent 2009/010418 A1</i>	37
Gambar 4.2 Hasil Analisa X-Ray Difrraction (XRD) nanokatalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$	37
Gambar 4.3 Hasil Analisa X-Ray Difrraction (XRD) nanokatalis $\text{-Al}_2\text{O}_3$ campuran.....	39
Gambar 4.4 Hasil Analisa X-Ray Difrraction (XRD) nanokatalis Cr-Co/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$	40
Gambar 4.5 Hasil Analisa SEM dari katalis Cr-Co(1:1)/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 10% dengan perbesaran a) 2.500x b) 5.000x, c) 10.000x, dan d) 25.000x.....	42
Gambar 4.6 Hasil Analisa EDX dari katalis katalis Cr-Co(1:1)/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 10%	43
Gambar 4.7 Hasil Analisa SEM dari katalis Cr-Co(1:2)/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 10% dengan perbesaran a) 2.500x b) 5.000x, c) 10.000x, dan d) 25.000x.....	43
Gambar 4.8 Hasil Analisa EDX dari katalis katalis Cr-Co(1:2)/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 10%	44
Gambar 4.9 Hasil Analisa SEM dari katalis Cr-Co(2:1)/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 10% dengan perbesaran a) 2.500x b) 5.000x, c) 10.000x, dan d) 25.000x.....	44
Gambar 4.10 Hasil Analisa EDX dari katalis katalis Cr-Co(2:1)/ $\text{-Al}_2\text{O}_3$ 10%	45
Gambar 4.11 Feed sebelum masuk kolom adsorpsi	46

Gambar 4.12 Feed setelah masuk kolom adsorpsi	47
Gambar 4.13 Kromatogram produk pada proses produksi DEE dengan detector FID pada temperatur 225°C dengan a) Impregnasi 1:1 b) Impregnasi 1:2 c) Impregnasi 1:2 ...	48
Gambar 4.14 Grafik Hubungan antara %Konversi etanol vs Suhu Reaktor (°C).....	50
Gambar 4.15 Grafik Hubungan antara Yield DEE (%) vs Suhu Reaktor (°C).....	51

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Menipisnya sumber daya energi dikarenakan meningkatnya penggunaan bahan bakar dari tahun ke tahun, sehingga diperlukan upaya untuk mencari energi alternatif yang ramah lingkungan. Salah satu energi alternatif yang saat ini dikembangkan adalah etanol karena sifatnya yang dapat diperbaharui dan ramah lingkungan.

DiEtil Eter (DEE) seringkali digunakan sebagai bahan pencampur untuk mengatasi kelemahan bahan bakar etanol. Sebagai bahan bakar, etanol umumnya dicampur dengan bensin (gasohol). Gasohol merupakan campuran bensin atau gasoline dengan etanol grade bahan bakar 20%. Jika digunakan sebagai bahan bakar murni, etanol mempunyai kelemahan dimana sampai saat ini, masih mensyaratkan konsentrasi yang tinggi yaitu etanol absolut. Untuk memperoleh etanol absolut harus melalui tahap proses fermentasi etanol, proses pemisahan etanol 95% dan proses pemurnian etanol absolut/etanol grade bahan bakar. Hal ini dikarenakan sifat etanol dan air yang azeotrop yaitu pada tekanan 1 atm, temperatur 78 °C, diperoleh titik azeotrop 95%. Proses pemisahan etanol membutuhkan energi operasi paling besar sekitar 50-80% (Widayat, 2011).

DiEtil Eter merupakan salah satu dari eter komersial yang paling penting diantara eter yang lainnya. Dalam industri dietil eter banyak digunakan sebagai bahan pelarut untuk melakukan reaksi-reaksi organik dan memisahkan senyawa organik dari sumber lainnya. Penggunaan sebagai pelarut diantaranya untuk pelarut minyak, lemak, getah, resin, mikroselulosa, parfum, alkaloid, dan sebagian kecil dipakai dalam industri butadiene. Didalam kedokteran dietil eter sangat identik sebagai bahan anestesi (Ulmann, 1987).

Pengembangan proses konversi etanol menjadi DEE yang biasanya dilakukan dalam suatu reaktor *batch* banyak berubah ke sistem kontinyu baik dalam sistem reaktor *fluidized bed* maupun *fixed bed*. Kelemahan dari penggunaan reaktor *fluidized bed* biasanya menyangkut dengan ukuran partikel katalis yang harus kecil serta masalah regenerasinya. Sedangkan reaktor *fixed bed* tidak memerlukan ukuran partikel yang sangat kecil tapi dapat berbentuk bola, *pellet*, ataupun *granule*, dimana penyediaanya lebih mudah demikian pula regenerasinya. Hal penting dalam proses ini adalah pemilihan dan pembuatan katalis, karena katalis memiliki peran yang sangat penting untuk digunakan dalam berbagai reaksi kimia. Sejak konsep katalis ditemukan banyak orang berlomba-lomba untuk membuat katalis dalam berbagai jenis, baik katalis homogen maupun heterogen (Lihelinah, 2009).

Senyawa DiEtil Eter umumnya dibuat dengan proses dehidrasi senyawa etanol (proses Barbet) dengan katalis asam sulfat (homogen). Kelemahan dari proses ini adalah pemisahan katalis masih sulit dan mahal serta katalis bersifat korosif. Katalis yang bersifat korosif membutuhkan investasi dalam peralatan cukup mahal (Fogler, 1991). Dengan demikian diperlukan suatu penelitian untuk mengatasi kelemahan ini. Salah satu usaha untuk mengatasi kelemahan ini adalah mengembangkan katalis heterogen.

Salah satu komponen terpenting dalam katalis heterogen adalah *support* katalis. *Support* katalis merupakan komponen katalis yang memiliki luas permukaan yang tinggi, porositas, sifat-sifat mekanik, dan kestabilan yang baik. Umumnya *support* katalis berupa oksida logam dengan *melting point* tinggi, tanah liat (*clay*) ataupun carbon (Richardson, 1989).

Alumina (Al_2O_3) merupakan salah satu material keramik yang paling banyak penggunaannya sebagai katalis, *support* katalis, absorbent dan juga digunakan sebagai *resistant coating* (Mirjalili, 2011). Dalam aplikasinya, alumina telah banyak digunakan untuk proses-proses pada suhu tinggi. Hal ini dikarenakan karena alumina memiliki kekuatan yang bagus dan koefisien ekspansi

termal yang rendah. Namun demikian, seperti keramik monolitik lainnya, alumina memiliki keuletan yang cenderung rendah dan kekuatan kepatahan yang rendah (Khorrani, 2012).

Alumina terutama γ -alumina banyak digunakan sebagai katalis dan support katalis, karena selain memiliki luas permukaan besar juga memiliki sisi aktif yang bersifat asam dan basa. Sisi aktif ini dihasilkan dari pelepasan molekul air (Wibowo, 2007). Reaksi dehidrasi katalisis alkohol primer menggunakan katalis γ - Al_2O_3 dapat menghasilkan senyawa eter dan alkena. Sedangkan reaksi alkohol sekunder dengan katalis asam akan menghasilkan alkena, sedang dengan katalis basa menghasilkan keton melalui reaksi dehidrogenasi (Shi, 1995).

Meningkatkan sifat katalis dengan menambahkan promotor jauh melebihi efek yang dapat dicapai oleh aksi promotor sendiri. Promotor sendiri belum tentu memiliki aktivitas katalitik. Zat yang ditambahkan ke katalis dalam jumlah kecil dalam rangka meningkatkan sifat seperti aktifitas, selektivitas atau stabilitas adalah salah satu pengertian promotor yang dapat sekaligus menyatakan kegunaanya. Secara umum, promotor dapat dikategorikan menurut tujuan mereka menjadi dua kelompok: 1) memfasilitasi reaksi yang diinginkan, yaitu meningkatkan aktivitas katalis, dan 2) menekan proses yang tidak diinginkan, yaitu meningkatkan selektivitas katalis (Krylov, 2004). Pengembangan komponen aktif katalis pada suatu pengembangan dapat meningkatkan selektivitas katalis (Satterfield, 1980). Pengembangan campuran logam ke bahan pendukung dapat dilakukan salah satunya metode impregnasi. Menurut Augustine (1996), pengembangan logam dapat dilakukan dengan dua cara yaitu memasukkan garam logam secara bersama-sama dan memasukkan garam logam secara terpisah.

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan dietil eter melalui reaksi dehidrasi etanol dalam suatu reaktor *fixed bed* dengan nanokatalis γ - Al_2O_3 dimana logam Cr dan Co sebagai promotor.

I.2 Rumusan Masalah

Adapun permasalahan dalam penelitian ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana cara pembuatan katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ dengan menggunakan metode *incipient wetnes impregnation*
2. Bagaimana pengaruh perbandingan logam Cr-Co yang di impregnasikan pada γ -Al₂O₃ terhadap aktifitas katalis
3. Berapakah temperatur yang paling baik untuk proses produksi DiEtil Eter dari etanol 96%

I.3 Ruang Lingkup Penelitian

Adapun batasan masalah disini diperlukan agar persoalan lebih terpusat dan terarah. Dalam hal ini, batasan-batasan yang diambil adalah sebagai berikut:

1. Bahan baku precursor yang digunakan adalah kristal Al(NO₃)₃.9H₂O
2. Agen pengendap yang digunakan adalah NH₄HCO₃
3. Kristalinitas dan ukuran kristal nano katalis γ -Al₂O₃ dapat diketahui dengan melakukan uji X-Ray Diffraction (XRD)
4. Proses analisis bentuk morfologi katalis dengan melakukan uji SEM-EDX
5. Uji aktifitas katalis dengan menggunakan etanol 96%

I.4 Tujuan Percobaan :

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mempelajari cara pembuatan katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ dengan menggunakan metode *incipient wetnes impregnation*
2. Mempelajari pengaruh perbandingan logam Cr-Co yang di impregnasikan pada γ -Al₂O₃ terhadap aktifitas katalis
3. Mencari temperatur yang paling baik untuk proses produksi DiEtil Eter dari etanol 96%

I.5 Manfaat Penelitians

Dari penelitian ini diharapkan :

1. Mendapatkan pengetahuan tentang pembuatan katalis γ - Al_2O_3 dari bahan dasar garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan metode *incipient wetnes impregnation*
2. Mendapatkan pengetahuan untuk memperoleh kondisi optimum pada proses produksi DiEtil Eter dari etanol 96%.

Halaman ini sengaja di kosongkan

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang dapat meningkatkan kecepatan reaksi terhadap suatu kesetimbangan tanpa adanya zat katalis yang dikonsumsi, setelah proses selesai katalis dapat diperoleh kembali (Satterfield, 1991). Katalis bersifat mempengaruhi kecepatan reaksi, tanpa mengalami perubahan secara kimiawi pada akhir reaksi. Katalis berperan untuk meningkatkan selektivitas suatu reaktan agar menghasilkan produk sesuai yang diinginkan. Peristiwa / fenomena / proses yang dilakukan oleh katalis ini disebut katalisis.

Adapun parameter yang perlu diperhatikan untuk menilai kualitas katalis yang baik sebagai berikut :

1. Aktivitas yang tinggi, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas yang baik, yaitu kemampuan mempercepat suatu reaksi sehingga menghasilkan produk yang diinginkan (dalam jumlah tinggi) dan produk samping seminimal mungkin.
3. Stabilitas atau *lifetime*, yaitu kemampuan menahan hal-hal yang dapat mengarahkan terjadinya deaktivitas katalis.

(Prasetya, 2012)

II.2 Komponen Katalis

II.2.1 Penyangga (*Support Material*)

Penyangga merupakan tempat terdistribusinya sisi aktif katalis. Fungsi utama dari penyangga adalah menaikkan luas permukaan katalis. Selain itu penyangga juga berfungsi untuk menghasilkan kekuatan mekanik suatu bahan katalis yang mudah rapuh dan menstabilkan struktur aktif (Harfani, 2009)

Bahan penyangga yang dipilih harus sesuai dengan kebutuhan reaksi katalitiknya agar reaksi dapat berlangsung

optimal. Oleh karena itu, dalam pemilihan suatu penyangga harus memperhatikan beberapa hal berikut :

- a. Kekuatan mekanik (keras dan tahan korosi)
- b. Kestabilan pada rentang kondisi reaksi
- c. Luas permukaan yang luas
- d. Inert terhadap reaksi yang tidak diinginkan.

II.2.2 Komponen Aktif

Komponen aktif dapat mempercepat reaksi dan merupakan tahap awal dalam desain katalis. Komponen aktif dari katalis bisa menjadi tidak aktif (terdeaktivasi) saat digunakan karena kehadiran kokas dan senyawa racun seperti CO, CO₂ dan senyawa-senyawa sulfur serta rusaknya struktur akibat temperature dan operasi yang terlalu tinggi. Komponen aktif katalis dapat berupa logam, oksida atau sulfide logam maupun bahan mineral (Fransisca, 2012).

II.2.3 Promotor

Penambahan promotor pada komponen aktif dan penyangga berfungsi untuk meningkatkan kinerja katalis baik itu aktivitas, selektivitas, dan stabilitas katalis. Biasanya penambahan promotor ini sangat sedikit. Seringkali penambahan promotor diharapkan dapat menghambat aktifitas yang tidak diinginkan, seperti pembentukan *coke* (Fransisca, 2012).

II.3 Penggolongan Katalis

II.3.1 Katalis Homogen

Katalis homogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang sama dengan bahan pereaksi dan produk reaksinya. Karena fasa katalis dan pereaksinya sama, proses pemisahan yang dilakukan untuk memperoleh kembali katalis di akhir reaksi cukup rumit. Sehingga penggunaan katalis homogen kurang menguntungkan apabila diaplikasikan di industri karena diperlukan biaya yang cukup tinggi untuk proses pemisahan katalis, reaktan, dan produk. Sistem katalis homogen hanya dijumpai pada industri - industri tertentu saja, misalnya industri

bahan kimia, obat – obatan, dan makanan. Beberapa industri petrokimia seperti produksi asam asetat, hidroformilasi juga menggunakan sistem katalis homogen (Istady, 2011). Selain itu terdapat sifat – sifat katalis homogen, yaitu sebagai berikut :

- Aktivitas dan selektivitasnya tinggi
- Tidak mudah teracuni oleh keberadaan pengotor
- Mudah dioperasikan
- Mudah dimodifikasi
- Sulit dipisahkan dari campuran reaksi
- Kurang stabil bila dioperasikan pada suhu tinggi
- Penggunaannya yang terbatas di bidang industri

II.3.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan bahan pereaksi dan produk reaksinya. Pada umumnya katalis heterogen terdiri atas komponen aktif dan bahan penyangga (*support*). Mekanisme yang terjadi pada katalis heterogen, melibatkan proses adsorpsi dan desorpsi. Katalis biasanya di aktivasi terlebih dahulu sebelum digunakan. Katalis heterogen ini banyak diaplikasi kan pada industri karena katalis dalam bentuk pellet mudah di buat, sehingga konstruksi sederhana. Penyimpanan katalis dalam tabung reaktor juga mudah diletakkan sehingga katalis dapat beradaptasi dengan reaktan yang mengalir di reaktor (Istady, 2011). Sifat – sifat katalis heterogen, yaitu sebagai berikut:

- Tahan dan stabil pada suhu yang relatif tinggi
- Mudah dipisahkan dari campuran reaksi
- Konstruksinya sederhana
- Umur katalis yang panjang
- Mudah teracuni apabila terdapat sedikit kotoran

II.4 Pembuatan Katalis

Metode yang umum digunakan dalam pembuatan katalis yaitu presipitasi dan impregnasi.

II.4.1 Metode Presipitasi

Presipitasi merupakan metode yang paling umum digunakan pada proses pembuatan katalis. Metode presipitasi dilakukan dengan cara zat aktif dilarutkan ke dalam pelarut, lalu ditambahkan larutan yang bukan pelarut (*anti-solvent*), hal ini menyebabkan larutan menjadi jenuh dan terjadi nukleasi yang cepat sehingga membentuk.

Kelebihan metode ini adalah sederhana dan biaya rendah. Kelemahan metode ini adalah nano partikel yang terbentuk harus distabilisasi untuk mencegah timbulnya kristal berukuran mikro. Metode presipitasi dilakukan dengan mengendalikan kelarutan bahan didalam larutan melalui perubahan pH, suhu, atau pelarut. Endapan yang dihasilkan dari kondisi sangat jenuh memiliki banyak partikel berukuran kecil dari 100 nm dan pemakaian energi sangat rendah (*Pinna, 1998*).

Salah satu metode presipitasi yang pertama adalah teknologi pembuatan *hydrosol*. Teknologi ini dikembangkan oleh Sucker pada tahun 1988 dan merupakan hak cipta milik Sandoz (sekarang bernama Novartis). Teknologi ini sesungguhnya merupakan metode presipitasi klasik yang dikenal sebagai “*via humida paratum*”. Pada metode ini, zat aktif dilarutkan ke dalam pelarut, lalu larutan tersebut dimasukkan ke dalam larutan lain yang bukan pelarut zat aktif tersebut sehingga menghasilkan presipitasi zat aktif yang halus.

II.4.1.1 Faktor – faktor yang berpengaruh terhadap metode Presipitasi :

Faktor – faktor yang berpengaruh terhadap proses presipitasi adalah sebagai berikut:

1. Temperatur Presipitasi
2. Pengadukan
3. Aging

II.4.1.1.1 Temperatur Presipitasi

Tujuan pemanasan pada proses presipitasi adalah untuk meningkatkan kelarutan dan laju presipitasi. Semakin tinggi temperatur pemanasan maka kelarutan akan semakin tinggi. Temperatur pemanasan yang tinggi juga akan menyebabkan laju presipitasi menjadi lebih tinggi.

II.4.1.1.2 Pengadukan

Tujuan pengadukan adalah untuk mendapatkan campuran yang homogen, sehingga campuran dapat terdistribusi secara merata.

II.4.1.1.3 Aging

Tujuan proses aging adalah untuk meningkatkan ukuran kristal presipitat yang dihasilkan. Pada proses aging, endapan dibiarkan terendam dalam larutan induk selama waktu tertentu untuk mengendapkan dan menggumpalkan, sehingga menghasilkan presipitat dengan ukuran kristal yang lebih besar (Harijadi, 1993).

II.4.2 Metode Impregnasi

Metode impregnasi dilakukan dengan mengkontakkan *support* yang poros dengan larutan yang terdiri dari satu atau lebih garam logam yang memiliki konsentrasi tertentu (Satterfield, 1991). Proses impregnasi diawali dengan memilih *support*/penyangga yang akan digunakan. Dalam hal ini penyangga memiliki fungsi sebagai penyedia permukaan yang luas agar lebih mudah menebarkan situs aktif, sehingga permukaan kontaknya lebih luas dan efisien. Bahan penyangga yang sering digunakan dalam pengemban katalis adalah alumina (Al_2O_3), zeolite dan magnesita (Topsoe *et al.*, 1996 dalam Subagjo, 2005). Tujuan impregnasi adalah untuk mengisi pori-pori menggunakan larutan garam logam dengan konsentrasi tertentu. Setelah diimpregnasi, langkah selanjutnya adalah pengeringan dan pemanasan pada suhu tinggi (kalsinasi), sehingga terjadi dekomposisi precursor menjadi

spesi aktif. Kalsinasi pada metode impregnasi bertujuan untuk meningkatkan stabilitas katalis terhadap perubahan temperatur. Beberapa pertimbangan yang dijadikan dasar pemilihan *support* yang akan digunakan adalah sebagai berikut :

- Bersifat inert dan tidak menghasilkan reaksi lain
- Memiliki sifat-sifat mekanik, termasuk ketahanan secara fisik
- Stabil
- Memiliki luas permukaan yang besar
- Harganya murah

II.4.2.1 Ada dua metode impregnasi ,yaitu:

1. Impregnasi basah (*wet impregnation*), pada impregnasi basah ,jumlah larutan precursor fasa aktif ditambahkan ke penyangga melebihi volume pori penyangga. walaupun metode ini adalah yang termudah, tetapi dapat menghasilkan deposisi precursor fasa aktif yang sangat banyak pada bagian luar penyangga setelah dikeringkan dan menghasilkan distribusi fasa aktif mirip kulit telur pada bagian luar penyangga. Namun lama kelamaan dapat terjadi abrasi pada permukaan katalis selama reaksi, sehingga diperlukan metode impregnasi lain yaitu impregnasi kering untuk mengatasi masalah ini.
2. Impregnasi Kering (*incipient wetness impregnation*). Pada metode ini, jumlah larutan precursor aktif (impregnan) yang ditambahkan sama dengan jumlah volume penyangga. keuntungan dari metode ini adalah akurat dalam mengontrol komponen aktif yang akan digabungkan dalam katalis, kelemahannya sulit melakukan pembuatan dengan % berat komponen aktif yang besar.

II.4.2.2 Garam logam yang digunakan pada metode impregnasi

1. Cr (Kromium)

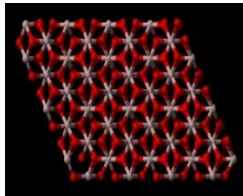
Kromium atau dikenal dengan logam Cr merupakan salah satu logam mineral yang keberadaannya terkandung dalam lapisan bumi. Kromium adalah elemen yang secara alamiah ditemukan dalam konsentrasi yang rendah di batuan, tanaman, tanah, debu vulkanik, dan gas. Kegunaan kromium selain dalam meningkatkan selektivitas katalis, banyak digunakan dalam penyepuhan, pelapis logam, pembuat zat warna, pewarna gelas, industri kimia (Lidya, 2012).

2. Co (Kobalt)

Kobalt adalah suatu unsur kimia dalam table periodik yang dikenal dengan logam Co. Kobalt Kegunaan cobalt antara lain pewarna keramik, industri cat, sebagai alloy dengan baja yang biasanya digunakan pada mesin turbin, dan sebagai katalis pada industri kimia maupun petroleum (Indah, 2009).

II.5 Alumina

Aluminium oksida (alumina) adalah senyawa kimia dari aluminium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 . Secara alami, alumina terdiri dari mineral korondum, dan memiliki bentuk kristal seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur kristal mineral korondum alumina (Hudson, et. al., 2002).

Senyawa ini termasuk dalam kelompok material aplikasi karena memiliki sifat-sifat yang sangat mendukung pemanfaatannya dalam beragam peruntukan. Senyawa ini diketahui merupakan insulator listrik yang baik, sehingga digunakan secara luas sebagai bahan isolator suhu tinggi, karena memiliki kapasitas panas yang besar (Xu, et al., 1994). Alumina juga dikenal sebagai senyawa berpori sehingga dimanfaatkan sebagai adsorben (Ghababazade, et al., 2007). Sifat lain dari alumina yang sangat mendukung aplikasinya adalah daya tahan terhadap korosi (Mirjalili, et. al., 2011) dan titik lebur yang tinggi, yakni mencapai 2053-2072 °C (Budvari, 2001).

Secara umum alumina ditemukan dalam tiga fasa, yang dikenal sebagai γ , β , dan α alumina. Ketiga fasa di atas diketahui memiliki sifat-sifat yang berbeda, sehingga memiliki aplikasi yang khas (unik). Beta alumina (β - Al_2O_3) memiliki sifat tahan api yang sangat baik sehingga dapat digunakan dalam berbagai aplikasi keramik seperti pembuatan tungku furnace (Arribart and Vincent, 2001). Gamma alumina (γ - Al_2O_3) banyak digunakan sebagai material katalis, contohnya dalam penyulingan minyak bumi (Knozinger and Ratnasamy, 1978) dan digunakan dalam bidang otomotif (Satterfield, 1980; Gate, 1995). Alfa alumina (α - Al_2O_3) mempunyai struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi $a = 4,7588$ dan $c = 12,9910$ nm. Alfa alumina banyak digunakan sebagai salah satu bahan refraktori dari kelompok oksida, karena bahan tersebut mempunyai sifat fisik, mekanik dan termal yang sangat baik (Mirjalili, et al., 2011). Fasa paling stabil dari alumina adalah fasa Alfa alumina (α - Al_2O_3), dalam proses perlakuan termal α - Al_2O_3 diperoleh melalui transformasi fasa yang diawali dari Boehmite $\text{AlO}(\text{OH})$ yaitu: Boehmite $\rightarrow \gamma$ -alumina $\rightarrow \delta$ -alumina $\rightarrow \theta$ -alumina $\rightarrow \beta$ -alumina $\rightarrow \alpha$ -alumina (Beitollahi, et al., 2010).

II.6 Gamma Alumina

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) merupakan alumina transisi yang berbentuk padatan amorphous. Gamma alumina adalah kelompok alumina aktif yang banyak digunakan sebagai katalis dan adsorben, misalnya sebagai katalis katalisator substrat di dalam industri otomotif dan petroleum, komposisi struktural untuk pesawat ruang angkasa dan pakaian pelindung dari gesekan dan panas atau abrasi dan thermal. Hal ini dikarenakan katalis gamma alumina memiliki luas permukaan yang besar ($150\text{-}300\text{ m}^2/\text{g}$), volume pori yang besar pula ($3\text{-}12\text{ nm}$). Selain itu $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ stabil dalam proses katalis dan pada suhu tinggi, mudah dibentuk dalam proses pembuatannya dan tidak mahal.

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) terbentuk melalui pemanasan pada suhu $500\text{-}800\text{ }^\circ\text{C}$. Pemanasan $\text{Al}(\text{OH})_3$ menyebabkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar (*Paglia, et al., 2004; Wang et al., 2009*).

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) mempunyai struktur spinel yang cacat dimana 32 atom oksigen dan membentuk kemas kubus terjejal. Ukuran atom oksigen yang lebih besar dari atom alumina membuat atom alumina berada pada posisi tetrahedral dan oktahedral. Pada posisi tetrahedral, atom alumina dikelilingi oleh 4 atom oksigen. Sementara pada posisi oktahedral, atom alumina dikelilingi oleh 6 atom oksigen.

II.6.1 Aplikasi Gamma Alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) saat ini telah banyak dipergunakan dalam proses-proses di industri. Beberapa aplikasi *gamma alumina* ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dalam industri yang ditampilkan pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1. Aplikasi *Gamma Alumina* ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Industri	Unit	Kegunaan
Pupuk	<i>Steam Reformer</i>	Sebagai penyangga katalis nikel pada unit reformer industri pupuk (Retno Harfani, 2009)
Pengolahan minyak bumi	<i>Hydrotreating</i>	Sebagai penyangga katalis Ni/Mo pada unit <i>hydrotreating</i> untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang masih terdapat pada minyak bumi, seperti senyawa sulfur, nitrogen, dan logam. (Ivan Aditirta, 2008)
<i>Biodiesel</i>	<i>Transesterifikasi</i>	Sebagai penyangga katalis Cao/KI pada unit <i>transesterifikasi</i> untuk pembuatan <i>biodiesel</i> (Ivan Aditirta, 2008)
Degradasi Gliserol	<i>Sonikasi</i>	Penambahan katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada prose sonikasi untuk degradasi gliserol agar mendapatkan yield <i>Allyl Alkohol</i> dan <i>acrolein</i> tinggi (Ryan Rizaldi Baril dkk, 2014)

II.7 Etanol

Etanol atau etil alkohol adalah salah satu turunan dari senyawa hidroksil atau gugus OH dengan rumus kimia C_2H_5OH . Istilah umum yang sering dipakai untuk senyawa tersebut adalah alkohol. Etanol merupakan cairan yang tidak berwarna, larut dalam air, eter, aseton, benzene, mudah menguap dan mudah terbakar. Etanol banyak digunakan sebagai pelarut, germisida, minuman, bahan anti beku, bahan bakar, dan senyawa antara untuk sintesis senyawa-senyawa organik lainnya. Etanol sebagai pelarut banyak digunakan dalam industri farmasi, kosmetika, dan resin maupun laboratorium.

Penggunaan etanol sebagai bahan bakar, mempunyai prospek yang cerah. Bahan bakar etanol merupakan sumber energi terbarukan, karena dapat dibuat dari bahan baku yang berasal dari tumbuh-tumbuhan. Etanol murni dapat digunakan sebagai cairan pencampur pada bensin. Etanol mempunyai angka oktan yang cukup tinggi, sehingga dapat digunakan untuk menaikkan angka oktan. Akan tetapi bahan bakar etanol memiliki kelemahan yaitu pada mesin yang menggunakan campuran etanol akan menjadi masalah saat cuaca dingin (musim dingin).

(www.indoenergi.com/2012/04/Keunggulan-kelemahan-bahanbakar.html)

Tabel 2.2. Sifat-sifat Fisik Etanol (Ullmann, 1987)

Parameter	Nilai
Titik didih (bp), °C	78,39
Titik beku (fp), °C	-114,15
Berat jenis	0,79044
Kapasitas kalor (16-21°C), J /g K	2,415
Kalor pembentukan, kJ/mol	277,69
Kalor penguapan pada temperatur, kJ/kg	
70°C	855,66
80°C	900,83
100°C	799,05

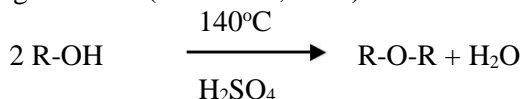
Kalor pembakaran pada volume konstan, kJ/mol	1370,82
Temperatur penyalaan, °C	425
Nilai kalor pembakaran , kJ/kg	
Nilai kalor pembakaran netto	29895
Nilai kalor pembakaran bruto	29964

II.8 Dehidrasi Alkohol

Dehidrasi didefinisikan sebagai reaksi yang melibatkan pelepasan air dari molekul yang bereaksi. Dalam kimia organik terdapat berbagai reaksi dehidrasi, reaksi dehidrasi pada alkohol umumnya sebagai berikut :

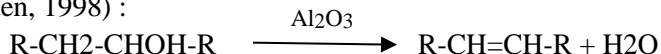
1. Konversi alkohol menjadi eter

Reaksi alkohol primer menjadi eter dan air terjadi jika alkohol primer dipanaskan pada suhu 140°C dengan katalis berupa asam sulfat (H₂SO₄). Mekanisme reaksi dehidrasi alkohol menjadi eter adalah sebagai berikut (Fessenden, 1998) :



2. Konversi alkohol menjadi alkena

Cara ini merupakan cara yang sederhana untuk membuat alkena yang berwujud gas. Jika uap alkohol sekunder seperti etanol atau propanol dilewatkan diatas bubuk aluminium oksida (alumina) yang dipanaskan maka alkohol tersebut akan pecah mejadi alkena dan uap aor. Alkohol juga dapat mengalami reaksi dehidrasi menjadi alkena dengan katalis asam sulfat (H₂SO₄). Reaksi dehirasi alcohol menjadi alkena adalah sebagai berikut (Fessenden, 1998) :



II.9 Senyawa DiEtil Eter

Eter mempunyai rumus bangun R-O-R', yang R dan R' nya bisa sama atau berbeda gugusnya dapat berupa alkil atau aril. Eter jika dilihat dari hidrokarbon jenis alkana, maka terlihat bahwa

gugus -CH₂- digantikan oleh oksigen. Sebagai contoh DiEtil Eter mempunyai rumus bangun sebagai berikut CH₃CH₂-O-CH₂CH₃ (Fessenden, 1998). Titik didih hidrokarbon jenis alkana dibandingkan dengan eter juga mendekati. Hal ini seperti disajikan dalam Tabel 2.3. Jika dibandingkan dengan alkohol dengan jumlah atom C yang sama, perbedaan titik didih antara DiEtil Eter dengan senyawa alkohol tersebut cukup signifikan.

DiEtil Eter merupakan salah satu dari eter komersial yang paling penting. Hal ini disebabkan DiEtil Eter memiliki nilai ekonomis yang sangat tinggi. Di bidang industri, DiEtil Eter banyak digunakan sebagai bahan pelarut untuk melakukan reaksi-reaksi organik dan memisahkan senyawa organik dari sumber alamnya. Penggunaan sebagai pelarut diantaranya untuk pelarut minyak, lemak, getah, resin, mikroselolosa, parfum, alkaloid, dan sebagian kecil dipakai dalam industri butadiena. Di bidang kedokteran, DiEtil Eter sangat identik dengan bahan anestesi (Ullmann, 1987).

Tabel 2.3.Perbandingan titik didih Di Etil Eter, butanol, dan hidrokarbon (Ullmann,1987)

Nama	Rumus	Titik didih (°C)	Bobot mol
1-butanol	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	178	74
Dietil eter	CH ₃ CH ₂ -O-CH ₂ CH ₃	35	74
Pentana	CH ₃ CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ CH ₃	36	70

Molekul-molekul eter tidak membentuk ikatan hidrogen satu sama lain. Hal ini menjelaskan mengapa titik didihnya rendah dibandingkan dengan isomer alkoholnya. Sekalipun eter tidak membentuk ikatan hidrogen satu sama lain, eter dapat membentuk ikatan hidrogen dengan senyawa-senyawa yang mempunyai gugus hidroksil /-OH. Sehingga alkohol dan eter dapat bercampur. Eter dengan bobot molekul rendah seperti DiMetil Eter benar-benar larut dalam air. Kelarutan DiEtil Eter dalam air adalah 8 gram per 100 ml air. Semakin tinggi jumlah atom karbon suatu eter, kelarutannya dalam air makin rendah. Kerapatan eter lebih rendah

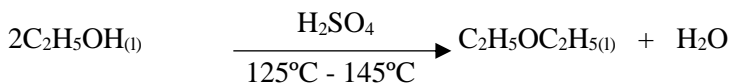
daripada air (Widayat, 2011). Sifat-sifat fisik yang lain DiEtil Eter seperti disajikan dalam Tabel 2.4

Tabel 2.4. Sifat-sifat Fisik Di Etil Eter (Ullmann, 1987)

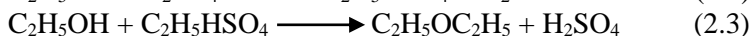
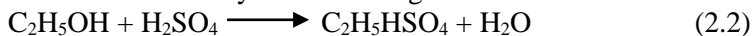
Parameter	Nilai
Berat Molekul	74,08 g/gmol
Berat Jenis	0,71
Titik Didih	34,6 °C
Titik Beku	-116,3 °C
Temperatur Kritis	194,7 °C
Tekanan Kritis	35,54 atm
Density (20 °C)	0,1754 g/cm
Specific Gravity (pada 25 °C)	0,708
Viskositas	1,3527 cp
Flash Point	-40 °C
Kelarutan dalam air (20 °C)	6,9 %
Tekanan Uap pada (18 °C)	400 mmHg
Batas eksplosi di udara	1,7% - 48%
Temperatur penyalan sendiri	170 °C

II.10 Produksi DiEtil Eter (DEE)

Proses produksi secara langsung DiEtil Eter yang paling banyak digunakan di dunia adalah sulfuric acid process atau proses Barbet dan catalytic dehydration over alumn. Proses produksi secara tidak langsung dimana DiEtil Eter merupakan produk samping dalam proses produksi etanol dari etilen. Proses asam sulfat dilakukan dengan cara bahan baku etanol dan katalis asam sulfat (katalis homogen) dipanaskan sampai temperature 125 °C. Proses dilakukan pada reaktor stainless steel yang dilapisi timbal, dilengkapi pemanas koil dan pelindung kebocoran asam. Konversi DiEtil Eter dihasilkan sebesar 94 – 95% (Ullman, 1987). Reaksi yang terjadi dalam proses asam sulfat adalah sebagai berikut :

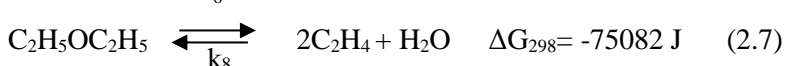
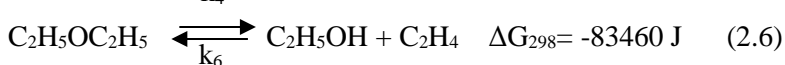
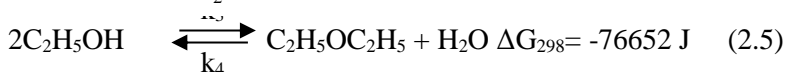
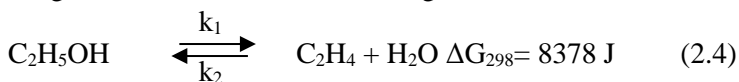


Mekanisme reaksinya adalah sebagai berikut :



Mekanisme reaksi tersebut menunjukkan bahwa gugus etil C_2H_5 dari etanol akan mengikat gugus SO_4^{2-} dari H_2SO_4 membentuk etil sulfat $\text{C}_2\text{H}_5\text{HSO}_4$ dan H_2O dari gugus OH^- etanol dengan gugus H^+ asam sulfat. Etil sulfat yang terbentuk akan bereaksi dengan etanol kembali membentuk DiEtil Eter dan asam sulfat (Fessenden, 1998). Dalam proses ini, pemisahan katalis cukup menyulitkan dan bersifat korosif sehingga membutuhkan biaya investasi yang cukup besar.

Reaksi-reaksi yang terjadi dalam proses pembuatan DiEtil Eter dengan katalis alumina adalah sebagai berikut :



Persamaan reaksi 2.4 merupakan reaksi dehidrasi etanol menjadi etilen. Persamaan reaksi 2.5 merupakan reaksi pembentukan DiEtil Eter. Persamaan 2.6 dan 2.7 merupakan reaksi lanjut dari DiEtil Eter menjadi etanol dan etilen.

II.11 Penelitian Terdahulu

Tabel 2.5. Penelitian Terdahulu

Topik Penelitian	Hasil	Pustaka
Economical Synthesis of Al_2O_3 Nanopowder Using a Precipitation Methode	Dihasilkan nano α - Al_2O_3 dengan ukuran kristal 30 – 95 nm dengan precursor	Materials Letter, 63 (2009) 2274-2276,

	AlCl ₃ .6H ₂ O menggunakan metode presipitasi	S.A Hassanzadeh-Tabrizi. And E. Taheri-Nassaj.
Synthesis of Nanocrystalline γ -Al ₂ O ₃ by Sol – Gel and Precipitation Methods for Methanol Dehydration to Dimethyl Eter	Dengan metode presipitasi dihasilkan γ -Al ₂ O ₃ dengan ukuran kristal 26,5 nm	Journal of Natural Gas Chemistry 20 (2001) 128-134, Zahra Hosseini Majid Taghizadeh, and Fereydoon Yari pour.
Studi Proses Produksi DiEtil Eter dengan katalis zeolit berbasis zeolite alam	Yield terbaik 38% diperoleh dengan katalis yang disintesis dengan pelarut HCl 4M dan waktu operasi 10 jam	Widayat. 2011. Laporan Disertasi. Teknik Kimia ITS
Studi Preparasi katalis γ -Al ₂ O ₃ dengan metode Presipitasi serta penggunaannya dalam proses produksi DiEtil Eter	Konversi reaksi terbesar dihasilkan pada penggunaan katalis dengan metode presipitasi pada suhu reaksi 225 °C sebesar 94.8216 % dan Yield DEE terbesar dihasilkan pada suhu reaksi 175°C sebesar 11.04 %.	Arifuddin.2014. Laporan Tesis. Teknik Kimia ITS

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

Dalam pembuatan DiEtil Eter dengan katalis berbasis γ - Al_2O_3 dalam Reaktor Fixed Bed diperlukan persiapan sebagai berikut :

III.1 Bahan dan Alat

III.1.1 Bahan yang Digunakan

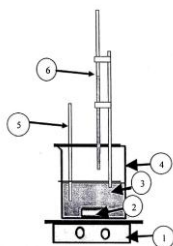
- | | |
|---|-----------------------------------|
| 1. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ | 7. <i>Quartz wool</i> |
| 2. NH_4OH | 8. Kertas saring |
| 3. HCl | 9. Akuades |
| 4. Ethanol 96% | 10. <i>Silica gel</i> |
| 5. $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ | 11. Gas Hidrogen (H_2) |
| 6. $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 12. Gas Nitrogen (N_2) |

III.1.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian yaitu peralatan untuk pembuatan katalis yakni peralatan presipitasi dan peralatan kalsinasi, serta peralatan uji katalitik (proses dehidrasi etanol).

1. Peralatan presipitasi

Peralatan presipitasi pada percobaan ini berupa gelas beker 500 mL sebagai tempat larutan prekursor yang diletakkan diatas hot plate dan dilengkapi magnetic stirrer dan termometer untuk membaca suhu operasi. Untuk menambahkan agen pengendap digunakan buret ukuran 50 mL yang dirangkai diatas gelas beker larutan prekursor.



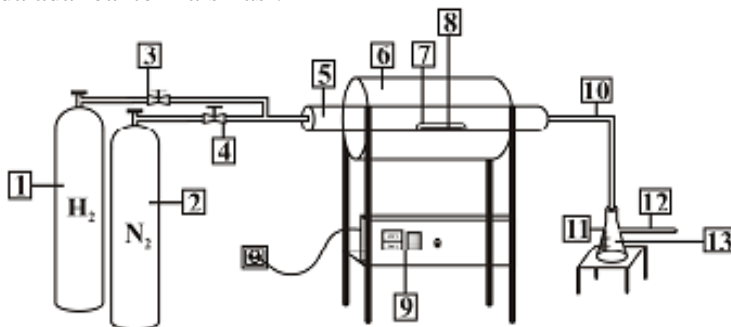
Keterangan gambar :

1. *Hot plate*
2. *Magnetic stirrer*
3. Larutan prekursor
4. Gelas beker
5. Termometer
6. Buret

Gambar 3.1 Rangkaian alat presipitasi

2. Peralatan kalsinasi

Peralatan kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini berupa *tubular furnace* dengan merk Linn Elektro Therm Jerman. *Tubular furnace* ini memiliki panjang 80 cm dengan diameter 10 cm. *Tubular furnace* ini dilengkapi dengan kontrol suhu untuk mengatur suhu operasi kalsinasi. Untuk tempat menaruh katalis dalam *furnace* digunakan *nacelle* dari bahan kuarsa. *Nacelle* yang digunakan berdiameter $\frac{1}{2}$ inci dengan panjang 10 cm. Peralatan kalsinasi ini dilengkapi dengan kompresor udara untuk mensuplai udara ke reaktor kalsinasi.



Gambar 3.2 Rangkaian alat kalsinasi

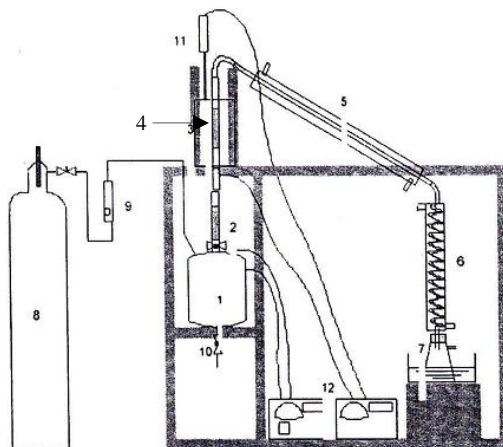
Keterangan gambar :

1. Tabung gas H_2
2. Tabung gas N_2
3. Valve gas H_2
4. Valve gas N_2
5. Reaktor kalsinasi
6. *Furnace*

7. *Nacelle*
8. Katalis
9. Panel control *furnace*
10. *Tube gas outlet*
11. *Vacuum flash*
12. Gas Keluar
13. Air

3. Peralatan uji katalitik

Uji katalitik pada penelitian ini dilakukan dengan menggabungkan dua buah proses, yakni proses adsorpsi dan reaksi katalitik. Umpan (etanol 96%) diisikan kedalam sebuah tangki *vaporizer* dengan diameter 5 inci dan tinggi 15 cm. Tangki *vaporizer* terbuat dari bahan *stainless steel*. Tangki *vaporizer* ini dilengkapi dengan jaket pemanas berdaya 1000 watt dan *temperature control* untuk mengatur temperatur vaporasi. Tangki *vaporizer* terhubung dengan tabung gas nitrogen. Gas nitrogen digunakan sebagai gas pendorong uap reaktan (etanol 96%) untuk melewati kolom adsorpsi dan reaktor katalitik. Uap reaktan dari tangki *vaporizer* didorong mengalir menuju kolom adsorpsi yang berada diatas tangki *vaporizer*. Kolom adsorpsi terbuat dari bahan *stainless steel* dengan diameter ½ inci dan tinggi 10 cm. Pada penelitian ini *silica gel* digunakan sebagai adsorban. Setelah melewati kolom adsorpsi, uap reaktan dilewatkan melalui reaktor katalitik. Reaktor katalitik merupakan reaktor *fixed bed* dengan katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ sebanyak 3 gram. Reaktor ini terbuat dari bahan *stainless steel* dengan diameter ¼ inci dan panjang 30 cm. Reaktor terdiri dari 3 bagian dengan panjang masing-masing 10 cm, setiap bagian dihubungkan dengan sistem ulir. Bagian tengah merupakan tempat menaruh katalis. Katalis diletakkan terlebih dahulu dilapisi isolasi *quartz wool* dan ditutup kembali dengan *quartz wool*. Reaktor ini dilengkapi dengan *temperature control* untuk mengatur suhu reaksi. Uap keluaran reaktor dilewatkan sebuah *Liebig* dan *Graham condensor* berbahan *glass*. Pada kondensor ini digunakan air es sebagai media pendingin. Kondensat selanjutnya ditampung pada sebuah penampung dan dilakukan analisa.



Keterangan gambar :

1. Tangki Vaporizer
2. Kolom adsorpsi
3. Furnace
4. Reaktor
5. Liebig condenser
6. Graham condenser
7. Akumulator
8. Tangki gas N₂
9. Rotameter
10. Valve
11. Termokopel
12. Thermoregulator

Gambar 3.3 Rangkaian uji katalitik

III.2 Variabel yang Digunakan

III.2.1 Variabel Tetap

1. Pembuatan katalis

a. Proses Presipitasi

Konsentrasi Al(NO ₃) ₃ .9H ₂ O	: 1 M
Suhu pengadukan	: 70 °C
Waktu pengadukan	: 3 jam
Kecepatan pengadukan	: 108,7 rpm
Suhu pengeringan	: 75 °C
Waktu pengeringan	: 24 jam
Suhu kalsinasi	: 600 °C
Waktu kalsinasi	: 6 jam

b. Proses Impregnasi

Suhu pengadukan	: 30 °C
Waktu pengadukan	: 3 jam
Kecepatan pengadukan	: 108,7 rpm
Suhu pengeringan	: 120 °C

Waktu pengeringan	: 12 jam
Suhu kalsinasi	: 500 °C
Waktu kalsinasi	: 3 jam
Suhu reduksi	: 550 °C
Waktu reduksi	: 5 jam
Presentasi loading Co-Cr terhadap katalis total	: 10%

2. **Produksi dietil eter**

Bahan baku	: Etanol 96%
Volume etanol	: 100 ml
Berat katalis	: 3 gram
Jenis katalis	: Cr-Co/ γ -Al ₂ O ₃
Bentuk katalis	: powder
Massa katalis total	: 3% b/v
Jumlah <i>silica gel</i>	: 10 gram
Tekanan	: 1 atm
Laju alir gas nitrogen	: 200 ml/menit

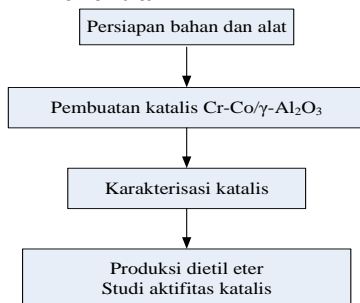
III.2.2 Variabel Berubah

1. Pembuatan katalis
 - a. Perbandingan logam Cr-Co : (1:1) ; (1:2) dan (2:1)
2. Produksi dietil eter
 - a. Suhu reaksi (°C) : 125, 150, 175, 200, 225

III.3 Parameter yang dianalisa

1. Kristalinitas dan ukuran kristal dengan uji XRD
2. Luas permukaan dengan uji BET dan Bentuk morfologi katalis dengan SEM-EDX
3. Produk Dietil eter dengan Gas Chromatography (GC)

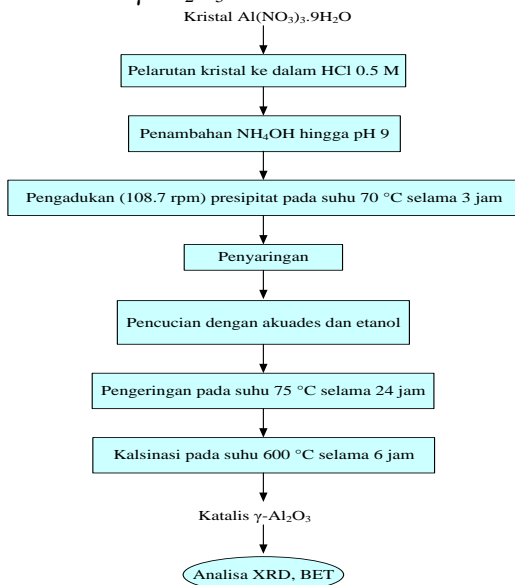
III.4 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.4 Skema Prosedur Penelitian

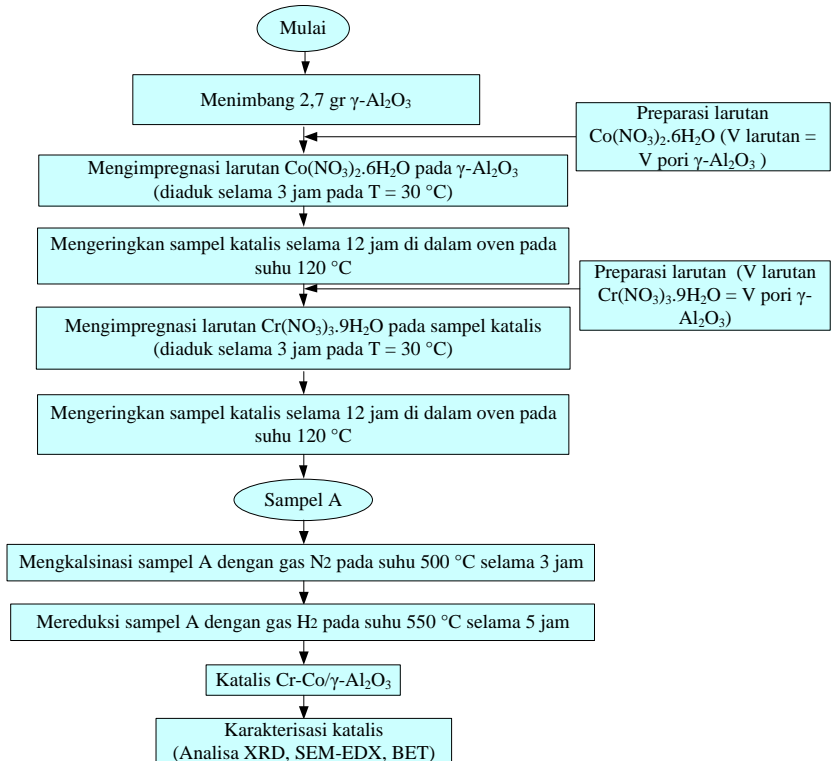
III.4.1 Pembuatan Katalis

- Preparasi katalis γ -Al₂O₃



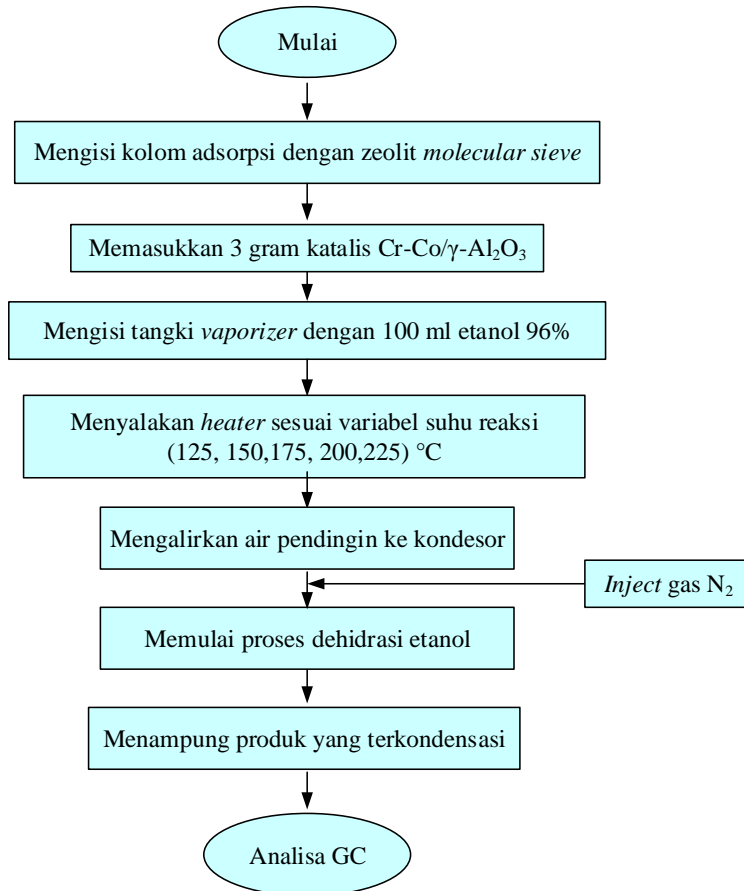
Gambar 3.5 Diagram Alir Preparasi γ -Al₂O₃

- Preparasi katalis Co-Cr/ γ -Al₂O₃ loading 10% (1:1)



Gambar 3.6 Diagram alir prosedur preparasi katalis Cr-Co/γ-Al₂O₃

III.4.2 Produksi Dietil Eter



Gambar 3.7 Diagram Alir Uji Katalitik

III.5 Prosedur Penelitian

Tahap penelitian meliputi pembuatan katalis, karakterisasi katalis, dan proses produk dietil eter.

III.5.1 Pembuatan Katalis

- Preparasi katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
 1. Membuat larutan prekursor $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 1 M dengan pelarut HCl 0.5 M
 2. Menambahkan NH_4OH kedalam larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ hingga pH larutan mencapai 9
 3. Mengaduk presipitat (108.7 rpm) pada suhu 70°C selama 3 jam
 4. Menyaring kemudian mencuci presipitat dengan akuades dan etanol lalu dikeringkan pada suhu 75°C selama 24 jam
 5. Mengkalsinasi padatan presipitat pada suhu 600°C selama 6 jam dengan mengalirkan udara
 6. Melakukan analisa XRD dan BET pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan dilakukan
- Preparasi katalis Cr-Co/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebagai *support* diimpregnasi dengan larutan garam logam yaitu $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan menggunakan prosedur yang dilakukan oleh Sartipi et al. 2013 dan Haber et al. 1995.

 1. Melakukan impregnasi larutan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (konsentrasi sesuai variabel) dengan cara ditambahkan sedikit demi sedikit ke $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sampai larutan habis
 2. Melakukan pengadukan selama 3 jam menggunakan *stirrer*
 3. Katalis dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 12 jam
 4. Melakukan Impregnasi larutan $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (konsentrasi sesuai variabel) dengan cara ditambahkan sedikit demi sedikit ke $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sampai larutan habis

5. Melakukan tahap 3 dan 4
6. Melakukan kalsinasi dengan N_2 pada suhu $500^\circ C$ selama 3 jam dan dilanjutkan proses reduksi dengan gas H_2 pada suhu $550^\circ C$ selama 5 jam
7. Setelah melakukan reduksi, aliran gas H_2 dan *heater* dimatikan namun gas N_2 tetap dialirkan hingga katalis mencapai suhu ruangan
8. Melakukan Analisa XRD, BET, dan SEM-EDX terhadap katalis

III.5.2 Karakterisasi Katalis

Untuk mengetahui hasil preparasi yang baik, maka perlu dilakukan karakterisasi katalis yaitu:

- Analisa morfologi dan komposisi logam-logam pada katalis Cr-Co/ $\gamma-Al_2O_3$ menggunakan analisa SEM-EDX
- Analisa luas permukaan katalis $\gamma-Al_2O_3$ dan Cr-Co/ $\gamma-Al_2O_3$ menggunakan analisa BET
- Analisa kristalinitas katalis $\gamma-Al_2O_3$ dan Cr-Co/ $\gamma-Al_2O_3$ menggunakan analisa XRD. Metode yang digunakan sebagai alternatif dalam menentukan ukuran partikel nano adalah metode *Scherrer*.

III.6 Produksi Dietil Eter

Proses produksi dietil eter diawali dengan peningkatan kadar umpan etanol 96% dimana melewati uap etanol dalam kolom adsorpsi yang telah diisi dengan *silica gel* sesuai variabel yang telah ditentukan 10 gram. Produk yang tertampung pada akumulator dianalisa dengan gas kromatografi sehingga diketahui jumlah optimal *silica gel* yang akan digunakan.

1. Mengisi kolom adsorpsi dengan *silica gel*
2. Memasukkan katalis dalam reaktor katalitik sebanyak 3 gram
3. Mengisi tangki *vaporizer* dengan etanol sebanyak 100 ml

4. Menyalakan *heater* dengan mengatur *setting* suhu proses sesuai variabel suhu yang ditetapkan (125,150,175,200, 225 °C)
5. Mengalirkan air pendingin ke kondensor
6. Memulai proses dehidrasi etanol dengan mengalirkan gas nitrogen ke dalam reaktor sebagai gas dorong selama variabel waktu yang ditetapkan (menit)
7. Mengambil sampel keluar dan menyaring sampel
8. Menganalisa sampel dengan analisa GC
9. Percobaan diulangi untuk variabel perbandingan komposisi katalis lainnya

III.7 Parameter Aktifitas Katalis

Besaran yang diukur pada proses produksi dietil eter adalah konversi reaksi dan *yield* produksi dietil eter dari etanol. Sebagai parameter aktifasi katalis dihitung konversi reaksi dan *yield* produksi dietil eter dari etanol. Secara matematis digunakan persamaan berikut untuk menghitung konversi dan *yield*:

$$X_A = \frac{F_{A0} - F_A}{F_{A0}} \times 100\%$$

$$Yield\ dietil\ eter = \frac{massa\ DEE}{F_{A0}} \times 100\%$$

Dimana: F_{A0} = laju alir molar etanol mula-mula
 F_A = laju alir molar etanol akhir

III.8 Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian skripsi ini bertempat di jurusan Teknik Kimia FTI – ITS Laboratorium Teknik Reaksi Kimia.

Halaman ini sengaja di kosongkan

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses pembuatan Dietil Eter terdiri dari tiga tahap yang meliputi preparasi nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, preparasi nanokatalis Cr-Co/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan loading 10% dan proses dehidrasi etanol dengan menggunakan etanol 96%. Variabel penelitian yang digunakan adalah variasi perbandingan logam Cr-Co dengan loading 10%, dan temperatur untuk proses pembuatan dietil eter. Berikut akan dibahas hasil dari setiap tahap tersebut.

IV.1 Preparasi nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Pada penelitian ini, preparasi nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dilakukan dengan metode presipitasi. Berdasarkan penelitian (Ariffudin, 2014) didapatkan diameter nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 23,6881 nm dengan menggunakan pelarut aquades dan menggunakan pelarut HCl didapatkan diameter nanokatalis sebesar 17,7400 nm, sehingga dipilih menggunakan pelarut HCl.

Preparasi dilakukan dengan melarutkan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ pada pelarut HCl 0,5 M dengan menambahkan NH_4OH sebagai agen presipitat hingga pH larutan 9. Selanjutnya dilakukan pengadukan pada suhu 70°C dan waktu pengadukan selama 3 jam. Setelah proses presipitasi partikel yang terbentuk, kemudian disaring dan dicuci dengan menggunakan etanol dan aquades. Tahapan selanjutnya dilakukan pengovenan selama 24 jam pada suhu 75°C dilanjutkan kalsinasi partikel pada suhu 600°C selama 6 jam.

Proses pembentukan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada proses ini meliputi beberapa kan

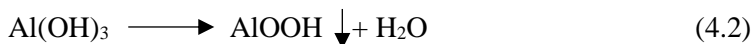
Tahap pertama

Pembentukan aluminum hydroxide yang terjadi saat penambahan NH_4OH pada larutan precursor. Reaksi yang terjadi pada tahapan ini adalah :



Tahap kedua

Tahapan ini terjadi pada proses pemanasan dan pengadukan. Terjadi pembentukan boehmite (AlOOH). Reaksi yang terjadi pada tahapan ini adalah :



Tahap ketiga

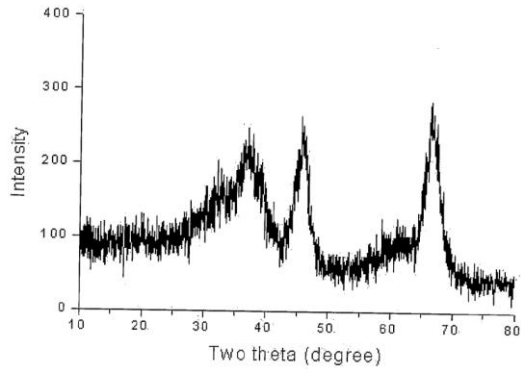
Boehmite yang dihasilkan pada tahap dua dikeringkan dan dilakukan proses kalsinasi pada suhu 600°C selama 6 jam dengan dialiri udara. Pada tahap ini terjadi pembentukan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ melalui reaksi berikut :



Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang terbentuk selanjutnya akan disesuaikan dengan standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang telah ditetapkan. Hal ini dapat diketahui dengan melakukan analisa sampel X-Ray Diffraction (XRD) dan Brunauer-Emmett-Teller (BET).

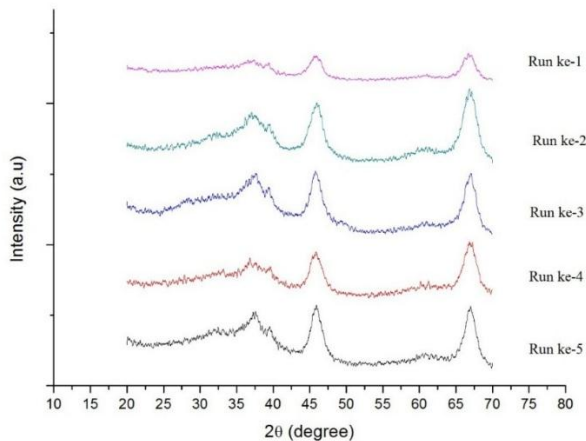
IV.1.1 Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD)

Analisa XRD digunakan untuk mengetahui kristalinitas dan ukuran kristal yang dihasilkan. Pada **Gambar 4.1** diketahui bahwa pola XRD $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang pembuatannya melalui proses kalsinasi boehmite pada suhu 600°C selama 6 jam dapat dijadikan sebagai standar dalam preparasi nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Pola XRD $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menampilkan terbentuknya puncak di 2θ yaitu pada 37° , 45° , 67° . (*US Patent 2009/010418 AI*). Berikut standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berdasarkan *US Patent 2009/010418AI*



Gambar 4.1 Standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berdasarkan *US Patent 2009/010418 A1*

Pada penelitian ini akan didapatkan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam beberapa kali *running* dengan menggunakan pelarut HCl 0,5 M dan konsentrasi precursor 1M pada suhu 70°C selama 3 jam pengadukan. Berikut hasil analisa penelitian nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang ditampilkan dalam **Gambar 4.2**.



Gambar 4.2 Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Dari difraktogram yang ditunjukkan pada **Gambar 4.2** terlihat bahwa semua hasil penelitian terbentuk partikel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, yakni pada $2\theta = 37^\circ$, $2\theta = 45^\circ$, $2\theta = 67^\circ$. Pola XRD pada **Gambar 4.2** sudah sesuai dengan Standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berdasarkan *US Patent 2009/010418 AI* yang ditunjukkan pada **Gambar 4.1**. Pola XRD yang diperoleh menggunakan X'Pert Philips dengan K-alpha radiasi panjang gelombang 1,5406 Amstrong.

Untuk mengetahui ukuran kristal dari hasil Analisa XRD dapat dihitung dengan menggunakan formula *Scherrer* :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4.4)$$

Dimana D merupakan diameter kristal, k adalah shape factor dengan nilai 0.9 – 1.4 (umumnya digunakan 0.9), λ adalah panjang gelombang X-ray (0,15406 nm), θ adalah sudut bragg (radian), dan β adalah FWHM (Full Width Half Maximum) satu puncak tertinggi (radian). Hasil perhitungan diameter kristal dengan formula scherrer dalam beberapa kali percobaan yang disajikan pada **tabel 4.1**

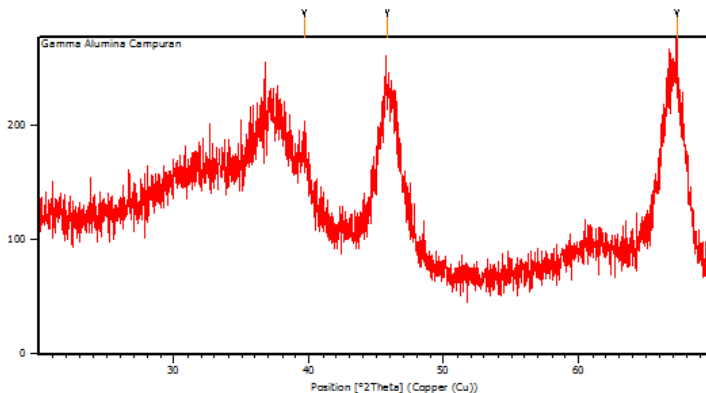
Tabel 4.1 Diameter kristal nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada masing-masing penelitian

Run	Pelarut	Konsentrasi Precursor (M)	k	λ (nm)	B (rad)	θ (rad)	Cos θ	D (nm)
1	HCl 0,5 M	1	0,9	0,15406	0,0167	0,3991	0,9214	9,0109
2			0,9	0,15406	0,0117	0,5837	0,8344	14,2027
3			0,9	0,15406	0,0070	0,5846	0,8339	23,7531
4			0,9	0,15406	0,0093	0,5864	0,8329	17,9001
5			0,9	0,15406	0,0070	0,5836	0,8345	23,7360

Pada **Tabel 4.1** menunjukkan bahwa hasil penelitian yang didapat sudah sesuai dengan literature *US Patent 2009/010418 AI* dikarenakan diameter nanokatalis berada pada range 3-100 nm. Waktu pengadukan dan kecepatan pengadukan akan memberikan pengaruh yang signifikan terhadap ukuran diameter katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan. Semakin lama waktu pengadukan dan semakin lambat kecepatan pengadukan akan menghasilkan ukuran partikel yang semakin besar.

Diameter kristal pada run ke 2, run ke 3, dan run ke 5 yang memiliki pola sesuai dengan *US Patent 2009/010418 AI* akan

dicampur menjadi satu dan dianalisa X-Ray Diffraction (XRD) kembali untuk mengetahui ukuran diameter kristal campuran. Pada **Gambar 4.3** dapat diketahui bahwa pola XRD berada pada puncak di 2θ yaitu pada 38° , 45° , 67° dan didapatkan diameter kristal nanokatalis berukuran 17,9001 nm.



Gambar 4.3 Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ campuran

IV.1.2 Hasil Analisa Brunauer – Emmet – Teller (BET)

Selain ukuran kristal katalis, dilakukan pula karakterisasi parameter fisik katalis yang meliputi luas permukaan, diameter pori, dan volume pori dengan uji BET. Volume pori yang didapatkan dari uji BET akan digunakan untuk menentukan volume larutan logam pada metode impregnasi. Adapun data hasil analisa penelitian sebagai berikut :

Tabel 4.2 Hasil Analisa BET

Katalis	Luas Permukaan spesifik (m^2/g)	Diameter Pori (nm)	Volume Pori (cc/g)
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	162,840	3,4276	0,3178

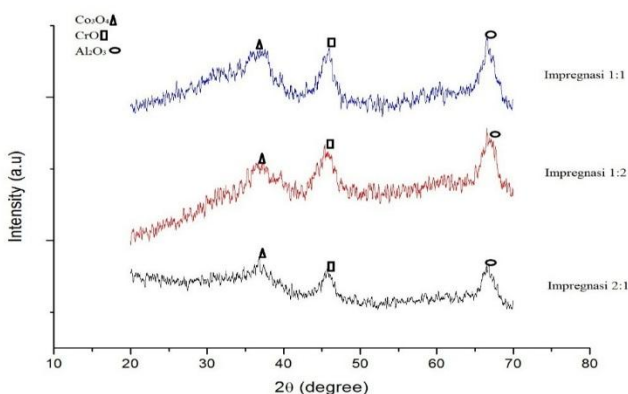
IV.2 Preparasi nanokatalis Cr-Co/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Variasi model katalis yang digunakan pada preparasi nanokatalis Cr-Co/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah perbandingan logam yang

ditambahkan dan % loading. Perbandingan logam yang digunakan adalah 1:1 , 1:2 , dan 1:3 dan % loading yang digunakan adalah 10%. Adapun karakterisasi sifat nanokatalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ yang ditabulasikan pada **Tabel 4.2** meliputi analisa fase kristal katalis X-Ray Diffraction (XRD), **Tabel 4.3** merupakan pengukuran luas permukaan katalis, diameter pori dan volume pori katalis dengan metode BET, dan pengukuran komposisi jumlah logam chromium dan cobalt yang berhasil diimpregnasikan ke dalam *support* γ -Al₂O₃ dengan analisis *Energy Dispersive X-Ray Analysis* (SEM-EDX).

IV.2.1 Hasil Analisa Fase Kristal Katalis X-Ray Diffraction (XRD)

Uji karakterisasi nanokatalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ dianalisis dengan XRD. Hasil analisis disajikan pada **Gambar 4.4** yang merupakan hasil difraktogram XRD dengan melakukan variasi perbandingan logam terhadap loading 10%.



Gambar 4.4 Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) nanokatalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃

Berdasarkan **Gambar 4.4** menampilkan hasil analisa XRD dari aplikasi software MDI Jade 5.0 yang dilengkapi dengan database masing-masing komponen. Pada katalis CrCo γ –

Al_2O_3 11 memiliki karakteristik puncak difraksi dari partikel Al_2O_3 terdeteksi pada $2\theta = 66,983^\circ$, CO_3O_4 terdeteksi pada $2\theta = 36,852^\circ$ dan CrO terdeteksi pada $2\theta = 44,369^\circ$. Pada katalis $\text{CrCo } \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ 12 memiliki karakteristik puncak difraksi dari partikel Al_2O_3 terdeteksi pada $2\theta = 66,983^\circ$, CO_3O_4 terdeteksi pada $2\theta = 36,852^\circ$ dan CrO terdeteksi pada $2\theta = 44,164^\circ$. Sedangkan pada katalis $\text{CrCo } \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ 21 memiliki karakteristik puncak difraksi dari partikel Al_2O_3 terdeteksi pada $2\theta = 66,600^\circ$, CO_3O_4 terdeteksi pada $2\theta = 36,852^\circ$ dan CrO terdeteksi pada $2\theta = 44,369^\circ$. Pola XRD yang dihasilkan hanya terjadi pergeseran *peak* saja dan tidak memunculkan *peak* yang baru. Sehingga dapat dikatakan bahwa proses preparasi katalis yang telah dilakukan menghasilkan katalis yang sesuai dan berhasil terimpregnasikan ke permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan masuk ke dalam pori $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Selain itu, pola XRD menghasilkan *peak* yang cukup tajam.

IV.2.2 Hasil Analisa BET

Tabel 4.3 Katalis Cr-Co/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ hasil analisa BET

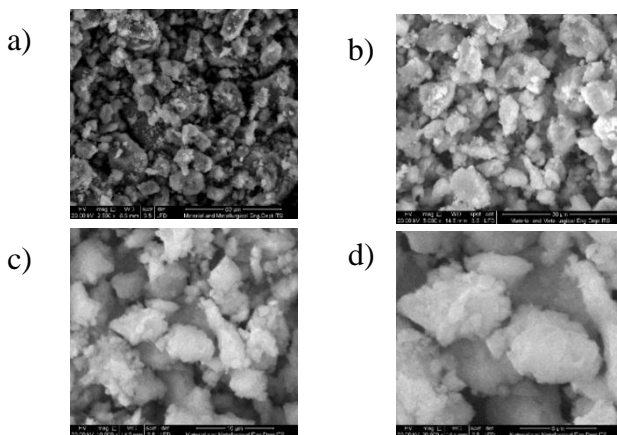
Katalis	Luas Permukaan spesifik (m^2/g)	Diameter Pori (nm)	Volume Pori (cc/g)
$\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$	162,840	3,4276	0,3178
$\text{CrCo } \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ 12	91,919	4,6423	0,2134
$\text{CrCo } \gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ 21	133,499	3,9027	0,2288

Berdasarkan **Tabel 4.3** dapat diketahui bahwa pengujian luas permukaan $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ sebelum impregnasi sebesar $162,840 \text{ m}^2/\text{g}$, dan setelah diimpregnasi dengan logam Cr dan Co mengalami penurunan *surface area* sebesar $91,919 \text{ m}^2/\text{g}$ dan $133,499 \text{ m}^2/\text{g}$. Semakin banyak logam yang ditambahkan pada $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ maka akan berpengaruh pada penurunan luas permukaan (Savitri dkk, 2016). Ditinjau dari struktur pori, penambahan logam dengan metode impregnasi terjadi penurunan *surface area* yang disebabkan oleh penyumbatan pori alumina (Vishwakarma, 2007)

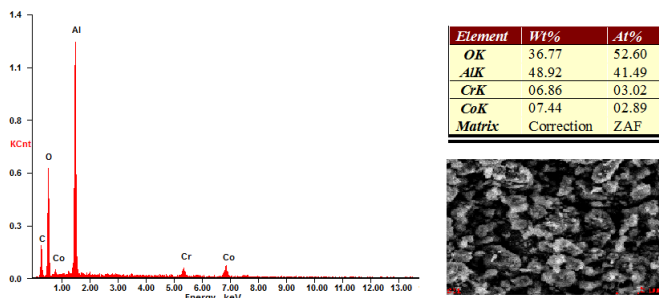
dan mengindikasikan bahwa partikel logam berhasil tersebar di permukaan $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ dan masuk ke dalam pori $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ (Sardar dkk, 2011). Selain itu, dengan ukuran diameter pori yang besar memberi kesempatan lebih baik bagi molekul umpan untuk dapat masuk sampai ke dalam pori (Eka dkk, 2016).

IV.2.3 Hasil Analisa SEM-EDX

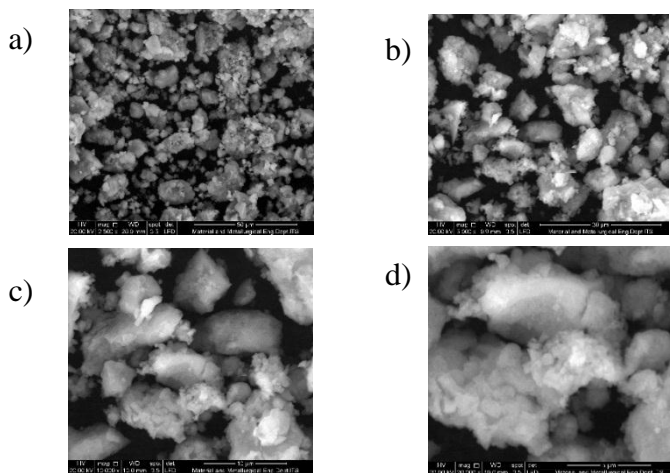
Karakterisasi sifat katalis $\text{Cr-Co}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ meliputi pengukuran komposisi jumlah logam cobalt dan chromium yang berhasil diimpregnasikan kedalam *support* nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan analisis SEM-EDX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*) adalah sebagai berikut :



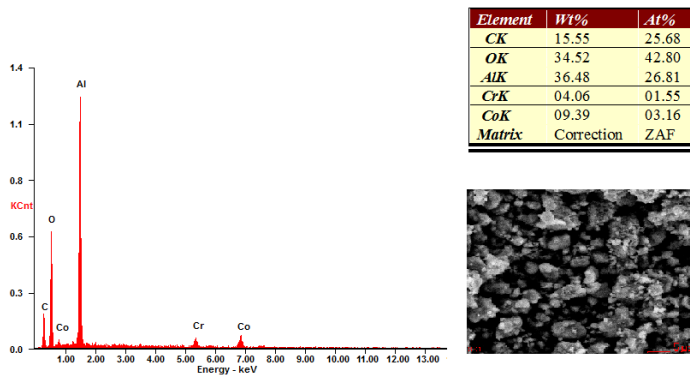
Gambar 4.5 Hasil Analisa SEM dari katalis $\text{Cr-Co}(1:1)/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 10% dengan perbesaran **a)** 2.500x **b)** 5.000x, **c)** 10.000x, dan **d)** 25.000x



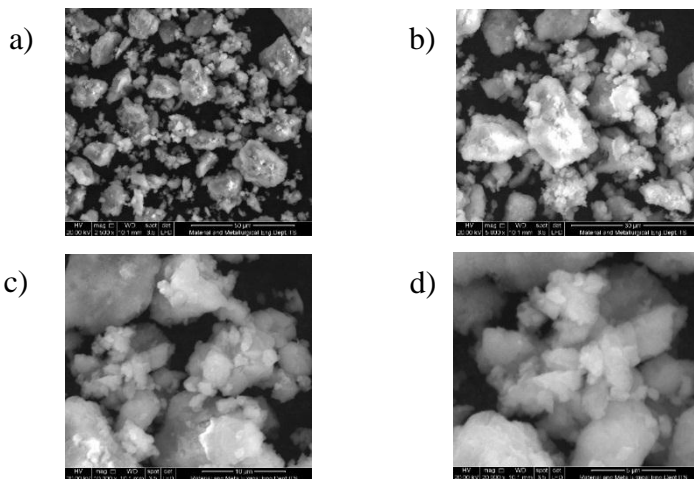
Gambar 4.6 Hasil Analisa EDX dari katalis katalis Cr-Co(1:1)/ γ - Al_2O_3 10%



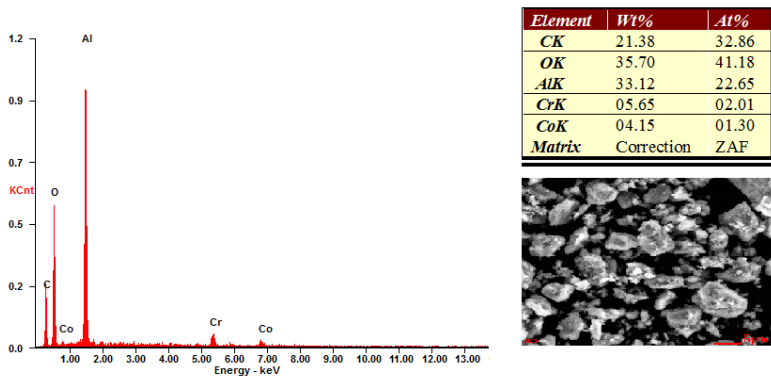
Gambar 4.7 Hasil Analisa SEM dari katalis Cr-Co(1:2)/ γ - Al_2O_3 10% dengan perbesaran **a)** 2.500x **b)** 5.000x, **c)** 10.000x, dan **d)** 25.000x



Gambar 4.8 Hasil Analisa EDX dari katalis katalis Cr-Co(1:2)/ γ -Al₂O₃ 10%



Gambar 4.9 Hasil Analisa SEM dari katalis Cr-Co(2:1)/ γ -Al₂O₃ 10% dengan perbesaran a) 2.500x b) 5.000x, c) 10.000x, dan d) 25.000x



Gambar 4.10 Hasil Analisa EDX dari katalis katalis Cr-Co(2:1)/ γ -Al₂O₃ 10%

Tabel 4.4 Sifat-sifat katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ hasil analisa EDX

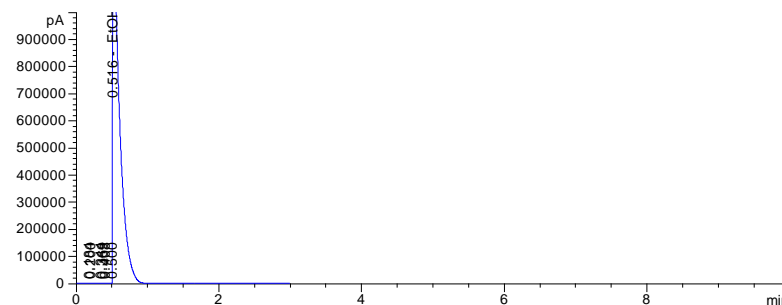
Katalis	Cr:Co	% logam (% wt)		Nama model katalis
		Cr	Co	
Co-Cr(10%) γ -Al ₂ O ₃	1:1	6,86	7,44	CrCo γ – Al ₂ O ₃ 11
	1:2	4,06	9,39	CrCo γ – Al ₂ O ₃ 12
	2:1	5,65	4,15	CrCo γ – Al ₂ O ₃ 21

Hasil analisa SEM-EDX untuk mengetahui bentuk morfologi katalis dan kandungan logam yang terdapat pada katalis dalam hal ini kandungan Cr dan Co dalam katalis γ -Al₂O₃. Pada pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan perbesaran 2.500 kali, 5.000 kali, 10.000 kali dan 25.000 kali. Terlihat bahwa katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃ mempunyai bentuk yang tidak beraturan dengan partikel rata-rata 5 μ dan masih mengandung senyawa oksida dikarenakan waktu reduksi yang kurang lama, kemungkinan terdapatnya kandungan udara yang masuk saat proses pendinginan alat kalsinasi setelah reduksi dan seharusnya selama proses pendinginan ruang kalsinasi tetap dialiri gas nitrogen.

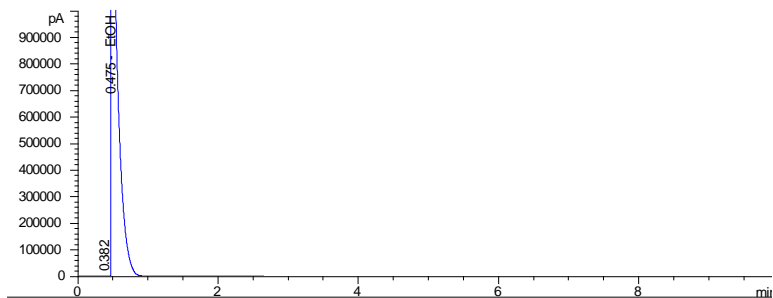
Dari hasil analisa EDX, dapat diketahui kandungan logam Cr dan Co yang terdapat pada katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sudah mencapai 10% berat. Pada perbandingan 1:1 terdapat logam Co 7,44 % dan Cr 6,86%. Perbandingan 1:2 terdapat logam Co 9,39% dan Cr 4,06%. Untuk perbandingan 2:1 terdapat logam Co sebesar 4,15% dan logam Cr 5,65%. Dalam hal ini kandungan logam Cr dan Co sudah tersebar merata pada katalis.

IV.3 Proses Produksi Dietil Eter (DEE)

Pada proses produksi Dietil Eter ini menggabungkan dua proses yaitu proses adsorpsi dan reaksi katalitik. Proses adsorpsi bertujuan untuk mengurangi kadar air yang ada di dalam umpan etanol. Proses adsorpsi ini menggunakan *silica gel*. Untuk mengetahui pencapaian penggunaan kolom adsorpsi dilakukan analisa terhadap feed sebelum masuk kolom adsorpsi maupun produk keluaran kolom adsorpsi. Proses analisa dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas. Hasil analisa disajikan pada gambar berikut



Gambar 4.11 Feed sebelum masuk kolom adsorpsi



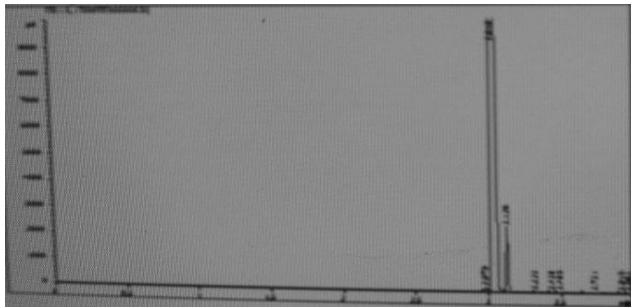
Gambar 4.12 Feed setelah masuk kolom adsorpsi

Dari hasil analisa GC terjadi peningkatan konsentrasi etanol dari 96% menjadi 97,16%. Peningkatan konsentrasi etanol terjadi karena sebagian air yang ada dalam larutan etanol di absorp oleh *silica gel*. Konsentrasi etanol 96% terdeteksi pada waktu retensi 0,516 menit sedangkan etanol 97,16% terdeteksi pada waktu retensi 0,475 menit.

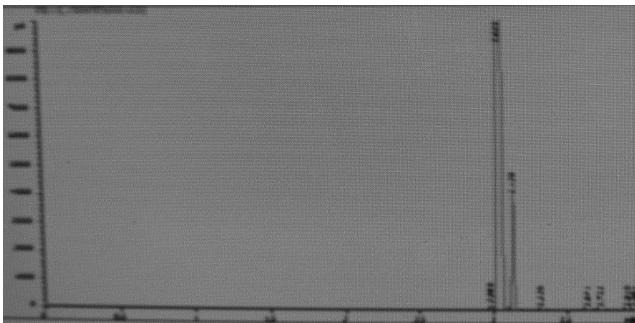
Proses uji katalitik dilakukan pada reaktor dengan berat katalis sebanyak 3 gram. Feed diupkan dari vaporizer pada temperatur 110°C, temperatur dalam reaktor dijaga sesuai variabel operasi yang dikehendaki. Nitrogen digunakan sebagai gas pendorong reaktan melewati reaktor. Produk keluaran reaktor kemudian dikondensasikan. Media pendingin yang digunakan pada kondensor adalah air es. Selanjutnya produk cair dianalisa menggunakan kromatografi gas.

Analisa Gas Chromatography dilakukan di Laboratorium Teknologi Air Indonesia (TAKI) Jurusan Teknik Kimia ITS. Alat GC yang digunakan adalah merk HP 6890 dengan HP-1 *Crossed Linked Methyl Siloxane Chromatographic Column* dan detector FID. Gas pendorong yang digunakan adalah helium dengan laju alir 27,4 mL/min, temperature 125-250°C dan temperature detector 250°C. Hasil analisa disajikan pada gambar berikut

a)



b)



c)



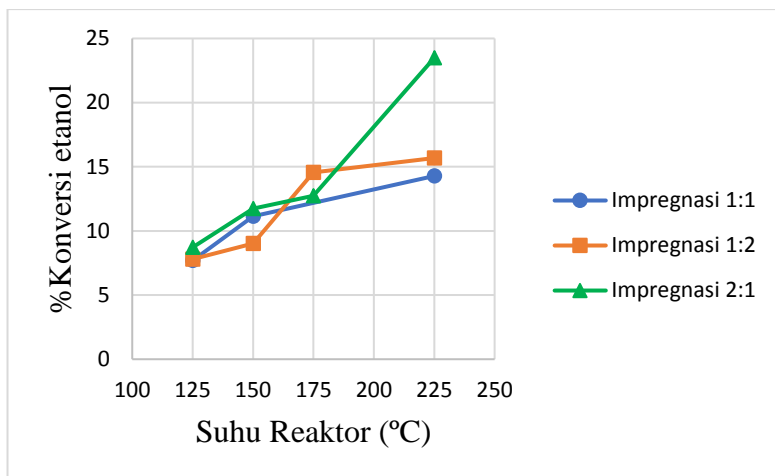
Gambar 4.13 Kromatogram produk pada proses produksi DEE dengan detector FID pada temperatur 225°C dengan **a)** Impregnasi 1:1 **b)** Impregnasi 1:2 **c)** Impregnasi 1:2

Gambar 4.13 menampilkan hasil kromatografi pada proses produksi DEE pada temperatur 225°C. Pada impregnasi 1:1 komponen etanol terdeteksi pada waktu retensi 3.018 menit, sedangkan komponen DEE terdeteksi pada waktu retensi 3.126 menit. Pada impregnasi 1:2 komponen etanol terdeteksi pada waktu retensi 3.023 menit, sedangkan komponen DEE terdeteksi pada waktu retensi 3.129 menit. Pada impregnasi 2:1 komponen etanol terdeteksi pada waktu retensi 3.021 menit, sedangkan komponen DEE terdeteksi pada waktu retensi 3.128 menit.

Proses konversi etanol yang mungkin terjadi adalah proses dehidrasi (pembentukan senyawa DiEtil Eter dan pembentukan senyawa etilen). Dari hasil kromatogram terdeteksi terbentuknya senyawa dietil eter serta etanol sisa reaksi sedangkan air tidak terdeteksi pada kromatogram dikarenakan pada alat GC menggunakan detector FID sehingga tidak dapat mendeteksi senyawa air (Widayat, 2011).

IV.3.1 Pengaruh Temperatur Reaksi Terhadap %Konversi Etanol

Berikut ini merupakan grafik hubungan antara konversi etanol (%) vs suhu reaksi dengan massa katalis sebanyak 3 gram dengan presentasi loading Cr-Co sebesar 10% terhadap katalis total pada reaktor *fixed bed*.



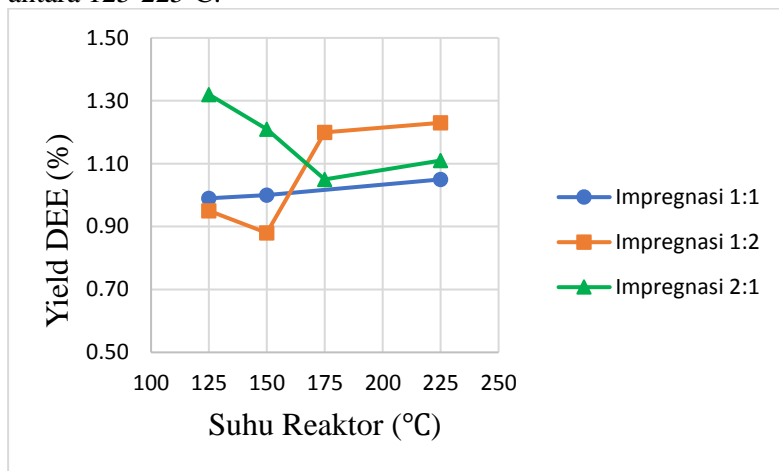
Gambar 4.14 Grafik Hubungan antara % Konversi etanol vs Suhu Reaktor (°C)

Gambar 4.14 menunjukkan bahwa konversi etanol meningkat seiring kenaikan suhu reaksi. Hasil konversi terendah terjadi ketika suhu operasi 125°C dengan nilai konversi 7,69%, yang diperoleh jika menggunakan perbandingan impregnasi logam pada rasio 1:1. Pada impregnasi logam 1:1 diperoleh konversi etanol 11,14% pada suhu 150°C, dan diperoleh konversi 14,28% pada suhu 225°C. Pada impregnasi logam 1:2 diperoleh konversi 7,80% pada suhu 125°C, kemudian diperoleh konversi 9,01% pada suhu 150°C, diperoleh konversi 14,55% pada suhu 175°C, dan diperoleh konversi 15,68% pada suhu 225°C. Pada impregnasi logam 2:1 diperoleh konversi 8,72% pada suhu 125°C, diperoleh konversi 11,75% pada suhu 150°C, diperoleh konversi 12,74% pada suhu 175°C, dan diperoleh konversi 23,48% pada suhu 225°C. Peningkatan temperatur dapat meningkatkan konversi etanol sesuai dengan persamaan Arrhenius. Dalam persamaan tersebut, peningkatan temperatur akan meningkatkan konstanta kecepatan reaksi sehingga akan meningkatkan laju reaksi. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian widayat dkk, (2011) yang memperlihatkan

semakin tinggi suhu reaksi maka semakin besar konversi etanol yang dihasilkan.

IV.3.2 Pengaruh Temperatur Reaksi dengan Yield DEE

Berikut ini merupakan grafik hubungan antara yield DEE vs suhu reaksi. Reaktor *fixed bed* dioperasikan pada range suhu antara 125-225°C.

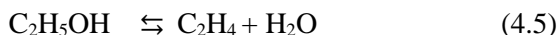


Gambar 4.15 Grafik Hubungan antara Yield DEE (%) vs Suhu Reaktor (°C)

Pada **Gambar 4.15** menunjukkan bahwa impregnasi katalis 2:1 menghasilkan nilai yield dietil eter yang lebih besar dibandingkan dengan impregnasi katalis 1:1 dan 1:2. Besarnya yield DEE terjadi karena impregnasi katalis 2:1 memiliki luas permukaan lebih besar daripada impregnasi katalis 1:1 dan 1:2. Yield DEE terbesar yang dihasilkan pada impregnasi katalis 1:1 adalah sebesar 1,05% pada suhu 125 °C, untuk impregnasi katalis 1:2 diperoleh yield sebesar 1,23% pada suhu 225°C, dan pada impregnasi 2:1 menghasilkan yield DEE sebesar 1,32% pada suhu 125°C.

Dari **Gambar 4.15** terlihat bahwa kenaikan yield DEE tidak linear terhadap kenaikan suhu reaksi. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi yang terjadi pada proses uji katalitik ini bukanlah

reaksi tunggal, dimana terjadi reaksi-reaksi lain selain reaksi pembentukan dietil eter dari etanol. Reaksi-reaksi kimia lain yang mungkin terjadi pada proses reaksi katalitik etanol ini adalah reaksi dehidrasi etanol menjadi dietil eter (Eq.-4.4); reaksi dehidrasi etanol menjadi etilen (Eq-4.5). (Wahyudi, 2014)



Senyawa etilen kemungkinan terjadi pada fase gas, namun pada penelitian ini produk gas tidak dilakukan analisis kromatografi karena kesulitan dalam pengambilan sampel.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

1. Pada penelitian ini didapatkan ukuran diameter kristal nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 17,9001 nm.
2. Hasil analisa XRD menampilkan jumlah *peak* yang sama antara sebelum impregnasi dengan setelah di impregnasi dan sesuai dengan literature *US Patent 2009/010418 Al*.
3. Surface area katalis terbaik ditunjukkan pada variabel katalis Cr-Co/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ratio logam 2:1 dengan *loading* 10%.
4. Konversi etanol meningkat dengan peningkatan temperatur pada rentang temperatur 125-250°C, dimana konversi etanol terbesar 23.48% dengan temperatur 225°C pada impregnasi logam 2:1.
5. Katalis impregnasi 2:1 menghasilkan yield DEE yang lebih besar daripada impregnasi 1:1 dan 1:2. Yield DEE terbesar yang dihasilkan pada impregnasi 2:1 dengan suhu reaksi 125°C sebesar 1.32%.

V.2 Saran

1. Perlu memperhatikan tahap demi tahap dalam proses pembuatan atau preparasi katalis, terutama saat melakukan tahap impregnasi logam ke dalam $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Hal ini dikarenakan hasil dari analisa BET terjadi penurunan *surface area* yang lumayan besar.
2. Perlu diperhatikan pada saat melakukan kalsinasi dan reduksi katalis, terutama pada saat proses pendinginan setelah reduksi agar tetap di aliri gas nitrogen, hal ini dikarenakan hasil analisa masih menunjukkan bahwa logam yang terimpregnasi masih mengandung senyawa oksida.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Khairurrijal. 2009. “*Review : Karakterisasi Nanomaterial*”. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi Vol. 2, pp. 1-9.
- Agitia, Gita. 2012. “*Sintesis Renewable Diesel Dengan Metode Deoksigenasi Menggunakan Katalis Pd/C dan NiMo/C*”. Universitas Indonesia
- Ali, Sardar, dkk. 2011. “*Corelation between Fischer-Tropsch catalytic activity and composition of catalyst*”. National Institut of Health
- Arribart, H., and Bernadette, B.V. 2001. The Dibner Institute History of Science and Technology.
- Beitollahi, A., Hosseini, H., and Sapoorki, H. 2010. Synthesis and characterization of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ nanocomposite powder by sucrose process. *Journal of Material Science: Material in Electronics*. Vol. 21, pp. 130-136.
- Budavari, S. 2001.(Ed.), *The Merck Index: An Encyclopedia of Chemical, Drugs, and Biologicals*, Thirteenth Edition, Merck & Co. Inc., USA. pp. 359.
- Dwi, Nanik dan Anis Wigiani. 2014. “*Sintesis Katalis Ni-Cr/Zeorit Dengan Metode Impregnasi Terpisah*”. Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS Vol. 6, pp. 479-484.
- Eka, Varantika dan M. Faisal. 2016. “*Produksi Biofuel Melalui Proses Hidrocacking Minyak Biji Kapuk Randu Menggunakan Katalis Zn-Mo/HZSM-5*”. Laporan Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS, Surabaya.
- Fessenden, R.J., Fessenden, J.S., and Logue, M.W. 1998. “*Organic Chemistry*”. New York : John Wiley & Sons.
- Fogler, Scott H. 1991. “*Elements of Chemical Reaction Engineering*”. New Jersey : Pearson Education, Inc.

- Ghababazade, R., Mirhabibi, A., Pourasad, J., Brown, A., Brydson, A., Amiri, M. J. 2007. Study of the phase composition and stability of explosive synthesis nanosized Al_2O_3 . *Journal Surface Science*. Vol. 601, pp.2864.
- Hudson, L.L., Misra, C., Perrotta, J., Anthony J., Wefers, K., and Williams, F.S. 2002. Aluminium Oxide. *Ullmann's Encyclopedia of Industriael Chemistry*, Willey-VCH, Weinheim. Vol.10, pp.557.
- Istady. 2011. Fundamental dan Aplikasi. “*Teknologi Katalis untuk Konversi Energi*”. Badan Penerbit Undip, 1-13.
- Ki-Won Jun. 2009. “*Method of Preparing Boehmite and GammaAlumina with High Surface*”. US Patent. US 2009/0104108 A1.
- Knozinger, H., Ratnasamy, and Catal, P. 1978. Pulse Electric Current Sintering and Strength of Sintered Alu-mina Using γ -Alumina Powders Prepared by the Sol-Gel Method. *Journal of Science Enggenering*. Vol. 17, pp.31.
- Kong, J., Chao, B., Wang, T., and Yan, Y. 2012. “*Preparation of Ultrafine Spherical AlOOH and Al_2O_3 Powders by Aqueous Precipitation Method with Mixed Surfactants*”. Powder Technology Vol. 229, pp. 7-16.
- Kumar, Maninder and Gaurav Rattan. 2016. “Effect Of The Preparation Methods On Mn Promoted $\text{Co}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Catalysts For Total Oxidation Of Methane”. Institute Of Chemical Engineering and Technology Vol. 51, pp. 63-72.
- Liherlinah., Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. “*Nanokatalis $\text{CuO}/\text{ZnO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ Untuk Mengubah Metanol Menjadi Hidrogen untuk Bahan Bakar Kendaraan Fuel Cell*”. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Vol. 2, pp. 90-95.

- Mirjalili, F., Hasmaliza, M., Luqman, C. 2011. “*Preparation of Nano Scale α -Al₂O₃ Powder by the Sol Gel Method*”. *Ceramics Silikat*. Vol. 55, No. 4, pp. 378-383.
- Rahaman, M.N. 2001. “*Ceramic Processing and Sintering. Second Edition*”. New York : Marcel Dekker, Inc.
- Rahmanpour, O., Shariati, A., and Nikou, M.R.K. 2012. “ *New Method for Syntesis Nano Size γ -Al₂O₃ Catalyst for Dehydration of Methanol to Dimethyl Ether*”. *International Journal of Chemical Engineering and Application* Vol.3, pp. 125-128.
- Richardson, T. 1989. “*Principles of Catalyst Development*”. New York : Plenum Press.
- Satterfield, C. N. *Heterogeneous Catalysis in Practice*; McGraw-Hill: New York, 1980; Section 4.5.(4) Gates, B. C. *Journal of Chemical*. 1995, 95, 511.
- Shi, Buchang, B.H. Davis. 1995. “*Alcohol Dehydration : Mechanism of Ether Formation Using an Alumina Catalyst*”. *Journal of Catalysis* Vol. 157, pp. 359-367.
- Tabrizi, S.A.H., and Nassaj, E.T. 2009. “*Economical Synthesis of Al₂O₃ Nanopowder Using a Precipitation Methode*”. *Material letters* Vol. 63, pp.2274-2276.
- Ullmann. 1987. “*Encyclopedia of Industrial Chemistry*”, Vol. A.10, 5th edition”. New York : John Wiley & Sons.
- Vishwakarma, Santosh K. 2007.”*Sonochemical and Impregnated Co-W/ γ -Al₂O₃ Catalyst Performance and Kinetic Studies on Hydrotreatment of Light Gas Oil*”. University of Saskatchewan : Saskatoon.
- Wahyudi, Arifuddin. 2014. “*Studi Preparasi Nanokatalis γ -Al₂O₃ dengan Metode Presipitasi serta Penggunaanya Dalam Proses Produksi Dietil Eter*”. Laporan Tesis Jurusan Teknik Kimia ITS, Surabaya.

- Wibowo, W., Sunaardi., dan Yulia, I. 2007. "*Studi Reaksi Konversi Katalitis 2- Propanol Menggunakan Katalis dan Pendukung Katalis γ -Al₂O₃*". Buletin of chemical Reaction Engineering & Catalysis Vol.2, pp. 56-61.
- Widayat. 2011. "*Studi Proses Produksi DiEtil Eter Dari Etanol Dengan Katalis Zeolit Berbasis Zeolit Alam*". Laporan Disertasi Jurusan Teknik Kimia ITS, Surabaya.
- Xu, Z., Xiao, F.S., Purnell, S.K., Alexeev, O., Kawi, S., Deutsch, S.E., and Gates, B. C. 1994. "Sol-gel synthesis of transparent alumina gel and pure gamma alumina by urea hydrolysis of alumina nitrate". *Journal Matterial Science*. Vol. 372, pp. 346.

APPENDIKS

1. Perhitungan Kebutuhan Garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 ml

$$\text{BM Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 375,13 \text{ g/gmol}$$

$$\text{Konsentrasi larutan prekursor} = 1 \text{ M}$$

Kebutuhan garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

$$M = \frac{gr}{BM} \times \frac{1000}{V}$$

$$1 = \frac{gr}{375,13} \times \frac{1000}{100}$$

$$m = 37,513 \text{ gr}$$

Jadi kebutuhan garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 37,513 gram

2. Perhitungan Pengenceran HCl 0,5 M

Volume = 100 ml

$$\text{BM HCl} = 36,46 \text{ g/gmol}$$

$$\text{Konsentrasi} = 37\%$$

$$\text{P HCl} = 1,19 \text{ g/ml}$$

$$M = \frac{\rho \text{ HCl} \times 10 \times \text{konsentrasi HCl}}{\text{BM HCl}}$$

$$M = \frac{1,19 \times 10 \times 32\%}{36,46}$$

$$M = 12,076$$

Kebutuhan 12,076 M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,5 \cdot 100 = 12,076 \cdot V_2$$

$$V_2 = 4,14 \text{ ml}$$

Mengambil 4,14 ml HCl dan ditambahkan aquades hingga 100 ml

3. Perhitungan pengenceran NH_4OH

$$\rho \text{ NH}_4\text{OH} = 0,9$$

$$\% \text{ NH}_4\text{OH} = 25$$

$$\text{BM NH}_4\text{OH} = 35 \text{ g/gmol}$$

Volume larutan NH_4OH

$$M = \frac{\rho \times 10 \times \%}{BM \text{ NH}_4\text{OH}}$$
$$M = \frac{0,9 \times 10 \times 25 \%}{35}$$

$$M = 6,429$$

Pengenceran NH_4OH 0,5 M

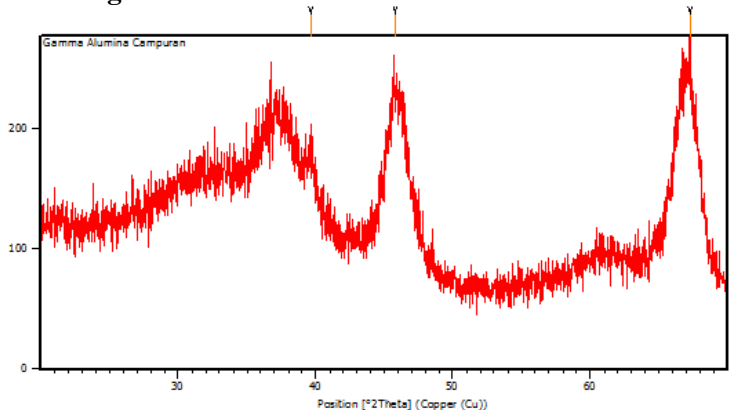
$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,5 \cdot 100 = 6,429 \cdot V_2$$

$$V_2 = 38,88 \text{ ml}$$

Jadi kebutuhan NH_4OH 6,429 M sebanyak 38,88 ml dan ditambahkan aquades hingga 500 ml

4. Perhitungan Hasil XRD



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
39.6312	38.03	0.2007	2.27419	31.67
45.8588	96.00	0.4015	1.97881	79.96
67.2261	120.06	0.5353	1.39264	100.00

Perhitungan hasil XRD menggunakan persamaan Debye Scherrer

Keterangan :

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$k = 0,9$$

Perhitungan pada campuran run ke 2, run ke 3, dan run ke 5

$$D = \frac{k \times \lambda}{\beta \times \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,0093 \times 0,8329}$$

$$= 17,9001 \text{ nm}$$

5. Perhitungan pembuatan katalis Cr-Co/ γ -Al₂O₃

⇒ Variabel 10% *loading* dengan perbandingan Cr-Co = 1:1

Katalis total = 3 gram

Loading logam = 10% wt

Ratio Cr-Co = 1:1

Berat logam = 0,1 x 3 gram = 0,3 gram

Berat γ -Al₂O₃ = 3 gram – 0,3 gram = 2,7 gram

Berat logam Cr = $\frac{1}{2}$ x 0,3 gram = 0,15 gram

Berat logam Co = $\frac{1}{2}$ x 0,3 gram = 0,15 gram

BM Co(NO₃)₂.6H₂O = 291,03 g/mol

Ar Co = 58,933 g/mol

BM Cr(NO₃)₃.9H₂O = 400,15 g/mol

Ar Cr = 51,996 g/mol

Berat Co(NO₃)₂.6H₂O (98%) = $\frac{1}{0,98} \times \frac{291,03}{58,933} \times 0,15 \text{ gram}$
= 0,7559 gram

Berat Cr(NO₃)₃.9H₂O (98%) = $\frac{1}{0,98} \times \frac{400,15}{51,996} \times 0,15 \text{ gram}$
= 1,1779 gram

⇒ Karena metode impregnasi yang digunakan adalah *incipient wetness impregnation* maka volume larutan logam = volume pori γ -Al₂O₃ sehingga perlu dilakukan perhitungan larutan logam sebagai berikut

Volume pori rata-rata γ -Al₂O₃ = 0,3178 cm³/g

Volume larutan logam = berat γ -Al₂O₃ x Volume
pori rata-rata γ -Al₂O₃
= 2,7 gram x 0,3178 cm³/g
= 0,8581 cm³

Tabel A.1. Hasil Perhitungan Impregnasi Logam

Katalis Cr–Co / γ -Al ₂ O ₃	Berat Cr (gram)	Berat Co (gram)
Impregnasi 1 : 1	1,1779	0,7559
Impregnasi 1 : 2	1,5706	0,5039
Impregnasi 2 : 1	0,7853	1,0078

6. Perhitungan Konversi Etanol dan Yield DEE

Impregnasi 2:1 pada suhu 125°C

⇒ **Konversi**

Diketahui :

- Volume etanol yang masuk reaktor = 95 ml = 0,095 liter
- Konsentrasi etanol dalam feed (97,16%) → $17,27 \frac{\text{mol}}{\text{liter}}$
- Konsentrasi etanol dalam produk (85,9%) → $15,769 \frac{\text{mol}}{\text{liter}}$
- Waktu reaksi proses = 50 menit

Penyelesaian :

- $$F_{Ao} = 17,27 \frac{\text{mol}}{\text{liter}} \times \frac{0,095 \text{ liter}}{50 \text{ menit}}$$
$$= 0,033 \frac{\text{mol}}{\text{menit}}$$
- $$F_A = 15,769 \frac{\text{mol}}{\text{liter}} \times \frac{0,095 \text{ ml}}{50 \text{ menit}}$$
$$= 0,030 \frac{\text{mol}}{\text{menit}}$$
- $$\text{Konversi} = \frac{F_{Ao} - F_A}{F_{Ao}} \times 100\%$$
$$= \frac{0,033 - 0,030}{0,033} \times 100\%$$
$$= 8,72 \%$$

⇒ **Yield**

Diketahui :

- Total Volume Produk = 39 ml
- Waktu reaksi proses = 50 menit
- Densitas produk = $0,8321 \frac{\text{gram}}{\text{ml}}$

- Mol produk

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\rho \times volume}{BM} \\
 &= \frac{0,8321 \frac{gram}{ml} \times 39 ml}{138 \frac{gram}{mol}} \\
 &= 0,235 mol \\
 &= \frac{0,235 mol}{50 menit} \\
 &= 0,0047 \frac{mol}{menit}
 \end{aligned}$$

- Mol DEE

$$\begin{aligned}
 &= \frac{Luas DEE}{Luas total} \times mol produk \\
 &= \frac{3526,5864}{61361,2} \times 0,0047 \frac{mol}{menit} \\
 &= 0,000270 \frac{mol}{menit}
 \end{aligned}$$

- Yield

$$\begin{aligned}
 &= \frac{massa DEE}{F_{Ao}} \\
 &= \frac{0,000270 \frac{mol}{menit} \times 74,12 \frac{gram}{mol}}{0,033 \frac{mol}{menit} \times 46,07 \frac{gram}{mol}} \times 100\% \\
 &= 1,32\%
 \end{aligned}$$

Tabel A.2. Hasil Perhitungan Konversi Etanol dan Yield DEE

No	Impregnasi	Suhu (°C)	Luas area			Konversi (%)	Yield (%)
			Etanol	DEE	Total luas area		
1	1:1	125	58763,7	2679,7671	61443,4671	7,693	0,989
		150	55684,9	2759,9006	58444,8006	11,136	1,001
		225	53004	2545,7815	55697,7	14,277	1,054
2	1:2	125	58677,5	2570,4663	61339	7,796	0,954
		150	57516,3	2311,2766	55986	9,015	0,881
		175	52779,2	2969,7361	55836,6	14,554	1,203
		225	51856,2	3930,9746	55936,7	15,684	1,235
3	2:1	125	57811	3526,5864	61361,2	8,717	1,323
		175	55123,6	3199,8722	58323,4722	11,754	1,207
		200	54273,2	2632,1992	56905,3992	12,741	1,046
		225	45869,1000	2360,8269	48374,0000	23,479	1,110

BIODATA PENULIS



Mukhamad Afif Deny Reza, lahir di Kendal, 17 Juli 1993. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di MI NU 06 Penanggulan (1999-2005), dilanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Negeri 3 Pegandon (2005-2008), kemudian dilanjutkan pendidikan menengah atas di SMA Negeri 1 Kendal (2008–2011). Penulis melanjutkan ke jenjang perguruan tinggi dengan mengambil jurusan D3 Teknik Kimia di Universitas Diponegoro hingga tahun 2014. Pada tahun 2015 melanjutkan studi jenjang S1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Jurusan Teknik Kimia. Pada akhir studi penulis memilih Teknik Reaksi Kimia untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik “Formaldehide dari Metanol dan Udara dengan Proses *Mixed Oxide Catalyst*” dan skripsi berjudul “Pembuatan Dietil Eter dengan katalis Berbasis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Dipromote dengan Logam Cr dan Co dalam Reaktor *Fixed Bed*”. Penulis berhasil menyelesaikan pendidikannya pada tahun 2017.

Email : afif.deny@gmail.com

BIODATA PENULIS



Teresia Dyah Novenia, lahir di Tangerang, 2 November 1994. Penulis menempuh pendidikan formal yang dimulai di SDN Aren Jaya X (2000-2006), dilanjutkan sekolah menengah pertama di SMP Strada Budi Luhur (2006-2009), kemudian dilanjutkan pendidikan menengah atas di SMAN Negeri 1 Tambun Selatan (2009–2012). Penulis melanjutkan ke jenjang perguruan tinggi dengan mengambil jurusan D3 Teknik Kimia di Universitas Sebelas Maret hingga tahun 2015. Pada tahun yang sama melanjutkan studi jenjang S1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Jurusan Teknik Kimia. Pada akhir studi penulis memilih Teknik Reaksi Kimia untuk menyelesaikan tugas akhir dan skripsi. Bersama partner dan dibawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA penulis berhasil menyelesaikan Pra-Desain Pabrik “Formaldehide dari Metanol dan Udara dengan Proses *Mixed Oxide Catalyst*” dan skripsi berjudul “Pembuatan Dietil Eter dengan katalis Berbasis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Dipromote dengan Logam Cr dan Co dalam Reaktor *Fixed Bed*”. Penulis berhasil menyelesaikan pendidikan tingginya pada tahun 2017.

Email : teresiadyahn@gmail.com